

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**  
**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS**



**TESIS DOCTORAL**

**Recuperación de calor en procesos con pulpas : minerales en  
cambiadores con vaporización súbita**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR  
PRESENTADA POR

**Guillermo Morales Calvo**

DIRECTOR:

**José Luis Otero de la Gandara**

**Madrid, 2015**

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS  
MADRID

12 00.0  
TOR



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE



5322347833

# RECUPERACION DE CALOR EN PROCESOS CON PULPAS MINERALES EN CAMBIADORES CON VAPORIZACION SUBITA

## MEMORIA

QUE PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR EN  
CIENCIAS QUIMICAS PRESENTA

**D. GUILLERMO MORALES CALVO**

MADRID  
JUNIO 1976



A mis padres y a mi mujer

El presente trabajo se realizó en los laboratorios de la Planta Piloto del Departamento de Química Técnica de la Facultad de Ciencias, bajo la dirección del Prof. Dr. D. José Luis Otero de la Gándara, a quien, desde estas páginas, quiero hacer constar mi agradecimiento por su inestimable ayuda, interés y enseñanzas, que de él recibí.

Hago también extensible mi agradecimiento a todos los compañeros de trabajo por la ayuda y dedicación que me prestaron.

Asimismo, doy las gracias, a la Srta. Conchita Quéllar por el interés y esmero que puso, en el trabajo mecanográfico, para hacer posible la aparición de esta memoria.

# I N D I C E

	<u>Página</u>
1. <u>INTRODUCCION</u> .....	6
2. <u>EQUIPO EXPERIMENTAL EN VAPORIZACION SUBITA</u> .....	14
2.1. <u>VAPORIZACION SUBITA EN UNA SOLA ETAPA</u> .....	14
2.1.1. <u>Descripción de la instalación</u> .....	14
2.1.2. <u>Cámara de vaporización</u> .....	17
2.1.3. <u>Aparatos de medida</u> .....	18
2.2. <u>VAPORIZACION SUBITA EN ETAPAS MULTIPLES</u> .....	23
2.2.1. <u>Descripción de la instalación</u> .....	23
2.2.2. <u>Columna de enfriamiento</u> .....	26
2.2.3. <u>Columna de calentamiento</u> .....	26
2.2.4. <u>Separadores de arrastre</u> .....	31
2.2.5. <u>Puesta en marcha, operación y parada</u> .....	34
3. <u>TECNICA EXPERIMENTAL Y RESULTADOS EN VAPORIZACION SUBITA</u> .....	36
3.1. <u>INTRODUCCION</u> .....	36
3.2. <u>METODO OPERATORIO CON ALIMENTACION AGUA/PULPA EN UNA SOLA ETAPA</u> .....	36
3.2.1. <u>Dificultades en la toma de datos</u> .....	37
3.2.2. <u>Eficacia de la operación</u> .....	37
3.2.3. <u>Niveles de experimentación con agua</u> .....	38
3.2.4. <u>Datos experimentales con agua</u> .....	40
3.2.5. <u>Niveles de experimentación con pulpa</u> .....	40
3.2.6. <u>Datos experimentales con pulpa</u> .....	47
3.2.7. <u>Estudio estadístico de los valores obtenidos</u> .....	47
3.3. <u>METODO OPERATORIO EN MULTIPLES ETAPAS</u> .....	74
3.3.1. <u>Eficacia de la operación</u> .....	75
3.3.2. <u>Niveles de trabajo y datos experimentales</u> ..	77

4. <u>EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR EN MEZCLAS DE ACIDOS</u> .....	79
4.1. INTRODUCCION .....	79
4.2. EQUIPO EXPERIMENTAL Y TECNICA DE TRABAJO .....	79
4.2.1. <u>Aparato de Othmer</u> .....	79
4.2.2. <u>Instalación experimental</u> .....	82
4.2.3. <u>Técnica de trabajo</u> .....	82
4.3. EQUILIBRIO EN MEZCLAS DE ACIDOS .....	84
4.3.1. <u>Mezclas <math>\text{ClH}-\text{H}_2\text{O}</math> y <math>\text{ClH}-\text{SO}_4\text{H}_2-\text{H}_2\text{O}</math></u> .....	84
4.3.2. <u>Niveles de trabajo</u> .....	84
4.3.3. <u>Valores experimentales</u> .....	87
4.3.4. <u>Mezclas <math>\text{NO}_3\text{H}-\text{H}_2\text{O}</math> y <math>\text{NO}_3\text{H}-\text{SO}_4\text{H}_2-\text{H}_2\text{O}</math></u> ...	87
4.4. CONSISTENCIA DE LOS DATOS .....	85
4.5. VARIACION DE LA CONCENTRACION EN LA VAPORIZACION SUBITA .....	102
5. <u>ASPECTOS TEORICOS DEL CAMBIADOR DE CALOR DIRECTO CON VAPORIZACION SUBITA Y CONDENSADOR DE CONTACTO EN TUBO BAROMETRICO</u> .....	114
5.1. INTRODUCCION .....	114
5.2. CONCEPTO DEL CAMBIADOR .....	114
5.3. DETERMINACION DEL NUMERO DE ETAPAS Y CARACTERIS- TICAS DEL CONDENSADOR BAROMETRICO .....	115
5.4. DETERMINACION DE LAS CONDICIONES DE REGIMEN ESTACIONARIO, AL CAMBIARSE EN OPERACION LOS PARAMETROS DEL PROYECTO .....	119
5.4.1. <u>Variación de caudales</u> .....	121
5.4.2. <u>Variación de la temperatura de entrada</u> ....	121
5.4.3. <u>Variación de la presión en la cabeza del condensador barométrico</u> .....	124
5.5. CARACTERISTICAS GEOMETRICAS DE LAS ETAPAS DE VAPORIZACION SUBITA Y DEL CONDENSADOR BARO- METRICO .....	125
5.5.1. <u>Dispositivo "Clementina"</u> .....	125
5.5.2. <u>Dispositivos que se proponen, como conse- cuencia del trabajo experimental efec- tuado</u> .....	126

5.5.2.1. Caudales prácticos en los tubos barométricos y en los tubos de unión entre las cámaras de vaporización súbita .....	133
5.5.2.2. Velocidades prácticas del vapor en las cámaras de vaporización súbita .....	134
5.5.2.3. Características de los compartimientos del condensador barométrico.....	135
5.5.2.4. Características del depósito base de los tubos barométricos.	135
6. <u>RESUMEN GENERAL Y CONCLUSIONES</u> .....	136
6.1. RESUMEN GENERAL .....	136
6.2. CONCLUSIONES .....	139
7. <u>APENDICE</u> .....	142
7.1. INTRODUCCION .....	142
7.2. CALIBRADO DE APARATOS DE MEDIDA EN VAPORIZACION SUBITA .....	142
7.2.1. <u>Rotámetros para agua</u> .....	142
7.2.2. <u>Rotámetro para pulpas de baja concentración</u> .....	142
7.2.3. <u>Rotámetro para aire</u> .....	145
7.2.4. <u>Aparato de medida para pulpas de alta concentración</u> .....	145
7.3. LA PULPA .....	145
7.3.1. <u>Preparación y características</u> .....	145
7.3.2. <u>Cálculo de la concentración y calor específico</u> .....	145
7.4. METODO DE ANALISIS QUIMICO .....	150
7.4.1. <u>Marcha analítica</u> .....	151
7.4.2. <u>Precipitación</u> .....	153
7.4.3. <u>Complexometría</u> .....	154
7.4.4. <u>Reactivos</u> .....	156
<u>TABLAS</u> .....	158
<u>NOTACION UTILIZADA</u> .....	195
<u>BIBLIOGRAFIA</u> .....	197

## 1. INTRODUCCION

En los procesos hidrometalúrgicos, la transferencia de calor en pulpas de minerales ya sea en su calefacción como en su enfriamiento, constituye un campo en el que existe una amplia laguna de datos básicos de diseño.

En un proceso de beneficio hidrometalúrgico el ataque químico del mineral se efectúa en pulpas con un contenido en sólidos próximo al 50%.

Este ataque se realiza en algunos casos a temperatura ambiente, pero con frecuencia ha de trabajarse con temperatura elevada, y en los procesos en que se opera a presión, esta temperatura puede superar los 100°C.

En la gran atención que hoy se presta a los procesos hidrometalúrgicos como solución para sustituir a procesos pirometalúrgicos que producen contaminación ambiental con  $\text{SO}_2$ , el proceso de lixiviación a temperatura elevada y/o a presión se presenta como una variante posible.

El coste de vapor de calefacción en relación con el coste de los reactivos químicos empleados es, en general, una fracción no grande de estos últimos, sin embargo, cuando se trabaja a presión, esta diferencia puede no ser tan clara. En cualquiera de estos casos, en el balance económico en funcionamiento, tiene interés, la consideración de un posible camino para reducir gastos de tratamiento, y por ello la recuperación de calor debe estudiarse.

La recuperación de calor, en pulpas ya atacadas, no ha merecido demasiada atención en la bibliografía, y por ello, se consideró de interés, como tema de investigación, el abordar la obtención de datos básicos de diseño de cambiadores de calor que permitieran optimizar el proyecto de los mismos.

Los cambiadores de calor convencionales, en este caso, representan limitaciones de uso, debido a la necesidad de emplear revestimientos que eviten en los materiales de construcción el ataque químico de los reactivos y la erosión por los sólidos en suspensión.

Estos revestimientos, en general engomados, disminuyen los coeficientes globales del cambiador. La utilización de materiales especiales que evitasen la utilización de revestimientos tiene en muchos casos la limitación de empleo debida a su coste.

Los cambiadores de calor que pueden presentarse como utilizables, al considerar estos últimos aspectos, son los de tipo directo, que emplean como agentes intermedios para la transferencia de calor un material sólido o fluido.

Así operan los cambiadores de calor de guijarros funcionando como regeneradores, en los que de forma intermitente la masa de guijarros capta calor o cede, según se alimente el aparato con pulpa caliente ya utilizada o pulpa fría que se envía al proceso químico.

Otra posible variante, basada en la misma idea, puede utilizarse para el enfriamiento de la pulpa una corriente de aire, que cedería a su vez el calor a la pulpa fría que alimenta otro cambiador directo.

En la desalinización del agua de mar, se ha estudiado la utilización de la vaporización súbita, para conseguir, en un sistema de etapas múltiples montadas en serie, que el calor puesto en juego en la vaporización y condensación posterior, sirva para calentar el agua que se alimenta al sistema de desalinización.

De esta forma, la aportación de calor al sistema, se limita a la precisa para que se produzca la elevación de temperatura necesaria, en el agua caliente a la salida del condensador de la última etapa, para que pueda alimentarse en esta misma etapa, en la que

regulando la presión de forma conveniente, se efectua la primera vaporización súbita, que se continuará en las etapas siguientes con regulación adecuada de las presiones en cada una de ellas.

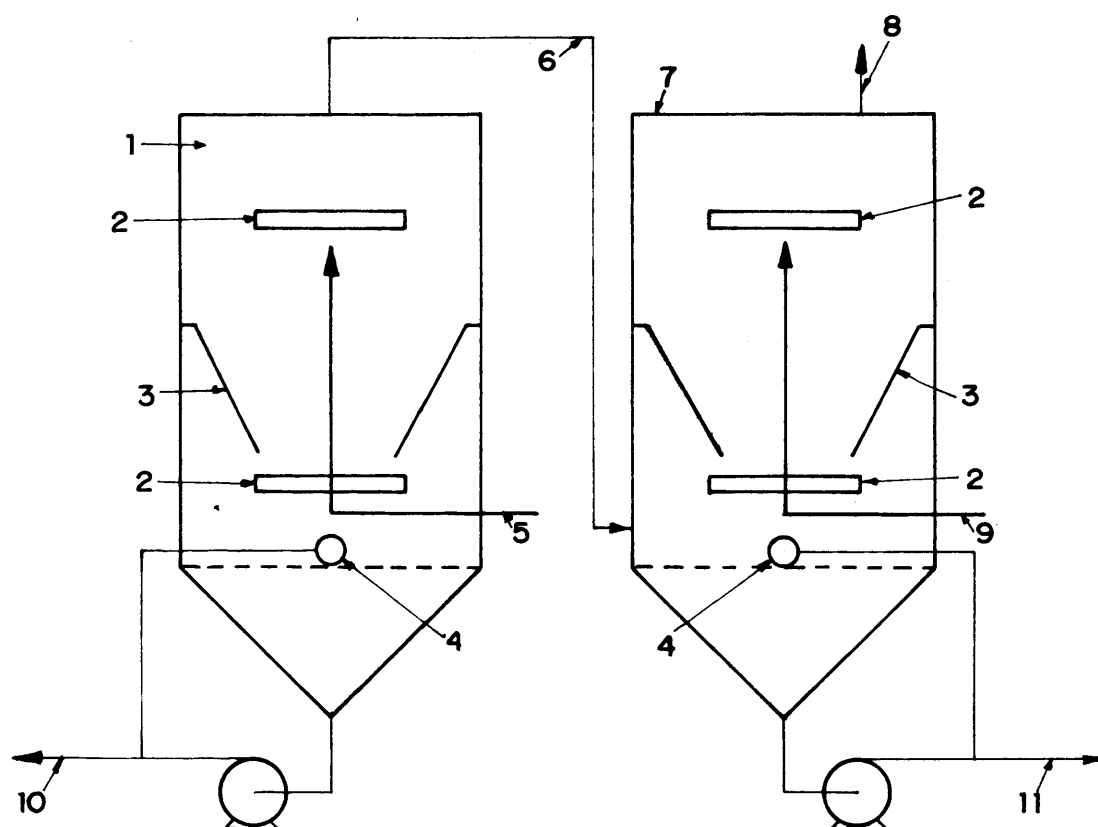
Al comparar esta forma de operar, con las circunstancias en las que ha de recuperarse calor de una pulpa, tal como se ha expuesto, es evidente que un sistema de etapas múltiples análogo al utilizado en desalinización puede emplearse con este fin. La pulpa fría que se alimenta al proceso, se precalienta haciendola circular por los condensadores de las cámaras y una vez que se completamente el aporte de calor que se precisa para alcanzar la temperatura de reacción en los reactores en que tiene lugar el ataque químico, despues de terminado, se vuelve a introducir en las cámaras para ceder el calor en las vaporizaciones súbitas sucesivas, empleándolo en la calefacción de la pulpa que entra a proceso.

En este caso se presenta una simplificación fácil de comprender. No es necesario que los condensadores sean de haz tubular, pues al no precisarse agua desalinizada pueden utilizarse un cambiador de contacto, en el que el vapor se condensa directamente sobre la pulpa que se calienta. Esta forma de operar exige para la circulación de la pulpa que se calienta una bomba entre cada etapa, pues va pasando de una cámara a una determinada presión a otra a presión superior.

En la bibliografía se ha descrito un sistema que opera con etapas formadas por dos cámaras montadas en paralelo. En una de ellas se pulveriza la pulpa que se somete a vaporización súbita, (fig. 1-1), y en la otra se pulveriza también la que se utiliza para condensar el vapor producido y calentarse.

Sobre el comportamiento de las pulpas en la vaporización súbita, la información publicada no permite afirmar que sea preciso el sistema de pulverización, y que no se puede utilizar un tipo de cámara convencional.





- 1.- CAMARA DE VAPORIZACION SUBITA
- 2.- SALPICADOR
- 3.- CONO DE RECOGIDA DE SALPICADURAS
- 4.- FLOTADOR DE CONTROL DE NIVEL
- 5.- PULPA CALIENTE A ENFRIAR
- 6.- TUBO DE PASO DE VAPOR
- 7.- CAMARA -CONDENSADOR
- 8.- VACIO
- 9.- PULPA FRIA A CALENTAR
- 10.- PULPA CALIENTE ENFRIADA
- 11.- PULPA FRIA CALENTADA

FIG. 1-1.- VAPORIZACION SUBITA CON PULVERIZACION

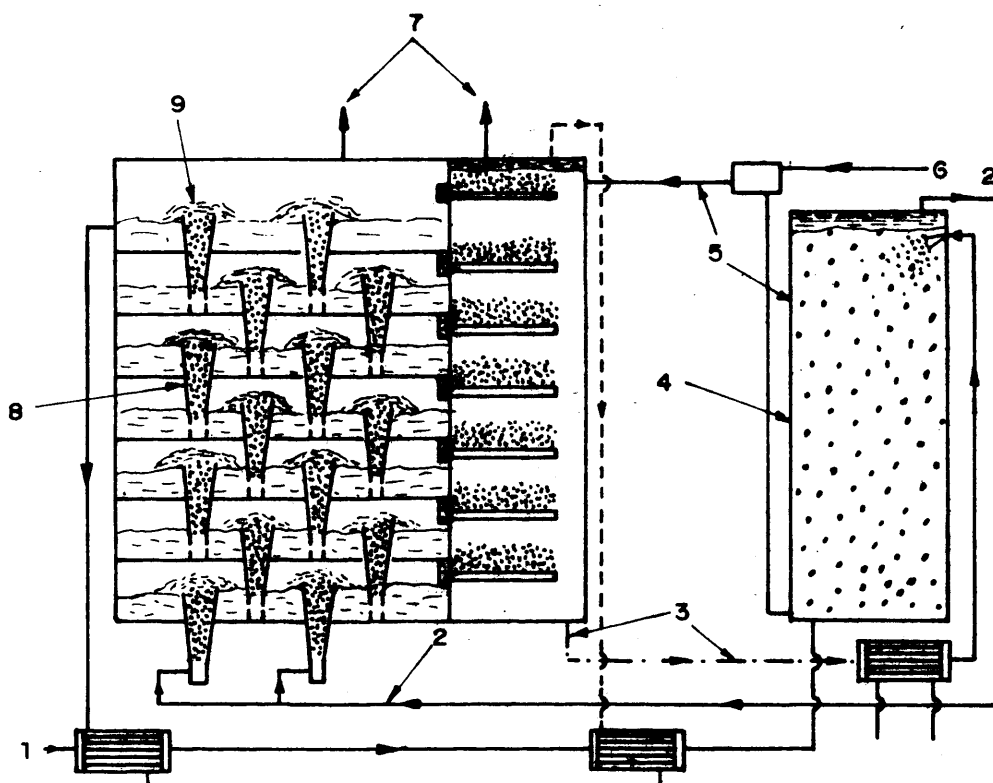
Por otra parte, la probabilidad de arrastres que en el caso de la deslinización tiene importancia fundamental, en el caso de la calefacción de la pulpa que se lleva a proceso, su contaminación por pulpa que sale del proceso de ataque químico, en general, no tendrá ninguna.

Entre los diferentes tipos de instalaciones propuestos para las cámaras de vaporización súbita y condensación, el dispositivo denominado "Clementina" presenta un conjunto de características que lo pueden hacer interesante para la aplicación concreta que se está considerando. En este dispositivo, (Fig. 1-2) las cámaras de vaporización súbita se instalan superpuestas y su conjunto forma una columna, en la que manteniendo un vacío adecuado en su parte superior, se hace circular la alimentación que entra por su base, de abajo hacia arriba, a través de tubos de longitud adecuada a la presión que se quiere tener en cada cámara.

La presión en las cámaras se regula mediante un condensador barométrico conectado en su parte superior a la misma presión de la cabeza de la columna y a diferentes alturas en paralelo a las cámaras de vaporización súbita de la columna.

En conjunto el sistema es simple, y para el caso concreto de calentar pulpas, no precisa bombas para circular esta entre las etapas de la instalación, que aparecen con condensadores de contacto directo. Por otra parte, el problema de sedimentación de sólidos, puede no ser importante en la columna de vaporización pues, ésta favorece la agitación, y en el condensador barométrico su importancia es pequeña ya que se produce en la dirección del flujo.

Si bien en la bibliografía las referencias de este dispositivo son limitadas, debido quizás a la presencia de arrastres, que no hacen adecuado para obtener agua desalinizada, se pensó en que dada su simplicidad, podría tener interés el estudiar sus posibilidades de operación como cambiador de calor para pulpas,



- 1.- AGUA DE MAR
- 2.- AGUA CALIENTE DE MAR
- 3.- ACEITE CALIENTE
- 4.- CAMBIADOR DE CALOR DE CONTACTO DIRECTO
- 5.- ACEITE FRIO
- 6.- SEPARADOR DE SOLIDOS
- 7.- VACIO
- 8.- TUBO VERTICAL
- 9.- VAPORIZACION SUBITA

FIG. 1-2.- DISPOSITIVO CLEMENTINA

ya que en este caso los arrastres de pulpa ya atacada a pulpa que se envía a ataque no tiene importancia.

El plan de trabajo que se ha realizado presenta cuatro etapas perfectamente diferenciadas. En primer lugar, se operó con un equipo de vaporización súbita en el que en una sola etapa se estudió la forma en que se obtenía el equilibrio en la vaporización, en función de un conjunto de variables: temperatura de alimentación, presión en la cámara de vaporización, distinto contenido en sólidos de la pulpa.

Para mejorar las condiciones de agitación de la pulpa en la vaporización súbita y evitar sobrecalentamientos, se estudió la influencia de una corriente de aire, de caudal controlado.

En segundo lugar se estudió un equipo de múltiples etapas que funcionó en paralelo a un sistema de condensación análogo al "dispositivo clementina" descrito, y en el que fue preciso introducir amplias modificaciones, dadas las dificultades de operación encontradas.

La tercera parte del trabajo consistió en el estudio del comportamiento de reactivos volátiles de posible utilización en el beneficio de minerales, en el cambiador de calor de vaporización súbita.

Como cuarta etapa del trabajo se presenta el estudio teórico efectuado para establecer con claridad las bases de diseño del cambiador. Este estudio condujo a la presentación en forma gráfica de la definición de las variables de diseño y de operación, con lo que fue posible establecer las circunstancias en las que pueda operar un cambiador análogo al tipo "clementina", así como definir las condiciones en que es aconsejable operar con un nuevo diseño mecánico de cambiador, que se propone como consecuencia del estudio realizado.

Por último se indica que el presente estudio no ha de considerarse como aislado, si no dentro de un plan de trabajo orientado a aportar una información que actualmente no existe acerca de cambiadores de calor, desde el punto de vista de utilizarlos operando con pulpas. En este plan de trabajo que se aborda en los laboratorios de la Planta Piloto del Departamento de Química Técnica, se están estudiando los regeneradores de guijarros, los de contacto aire-pulpa en columna de platos perforados, y se efectúan los primeros estudios en relación con cambiadores de lecho móvil con pulsación.

## 2 EQUIPO EXPERIMENTAL EN VAPORIZACION SUBITA

### 2.1. VAPORIZACION SUBITA EN UNA SOLA ETAPA

El primer equipo se diseñó y construyó para vaporización en una sola etapa. Esta instalación sirvió de base para obtener los primeros datos de diseño, así como poner a punto los distintos aparatos y sistemas de medida, para más tarde poder construir una columna de múltiples etapas.

#### 2.1.1. Descripción de la instalación

La instalación (fig. 2-1), constaba de un tanque de alimentación de unos 200 l. de capacidad, situado a 2 metros por encima del nivel donde se llevaba a cabo la vaporización. Este tanque se conectaba por medio de una conducción de acero a la cámara de vaporización. En este tramo de conducción se situaron los aparatos de medida del caudal.

La entrada a la cámara se hizo mediante un tubo de vidrio, en posición vertical, de 400 mm. de longitud y 60 de diámetro interior. En la parte inferior del tubo se colocó una entrada de aire, (fig. 2.2 ), cuya finalidad era pulverizarlo en el momento de la vaporización.

Por la parte superior de la cámara salían los vapores producidos que pasaban después a través de unas placas deflectoras y una conducción con dos codos de 90°. La finalidad de las placas y los codos era separar, gracias a la condición de diseño, las partículas y pequeñas gotas arrastradas por el vapor, para su medida.

El vapor, después de pasar por estas zonas, llegaba a un condensador para que como líquido se pudiese medir en un tubo convenientemente calibrado.

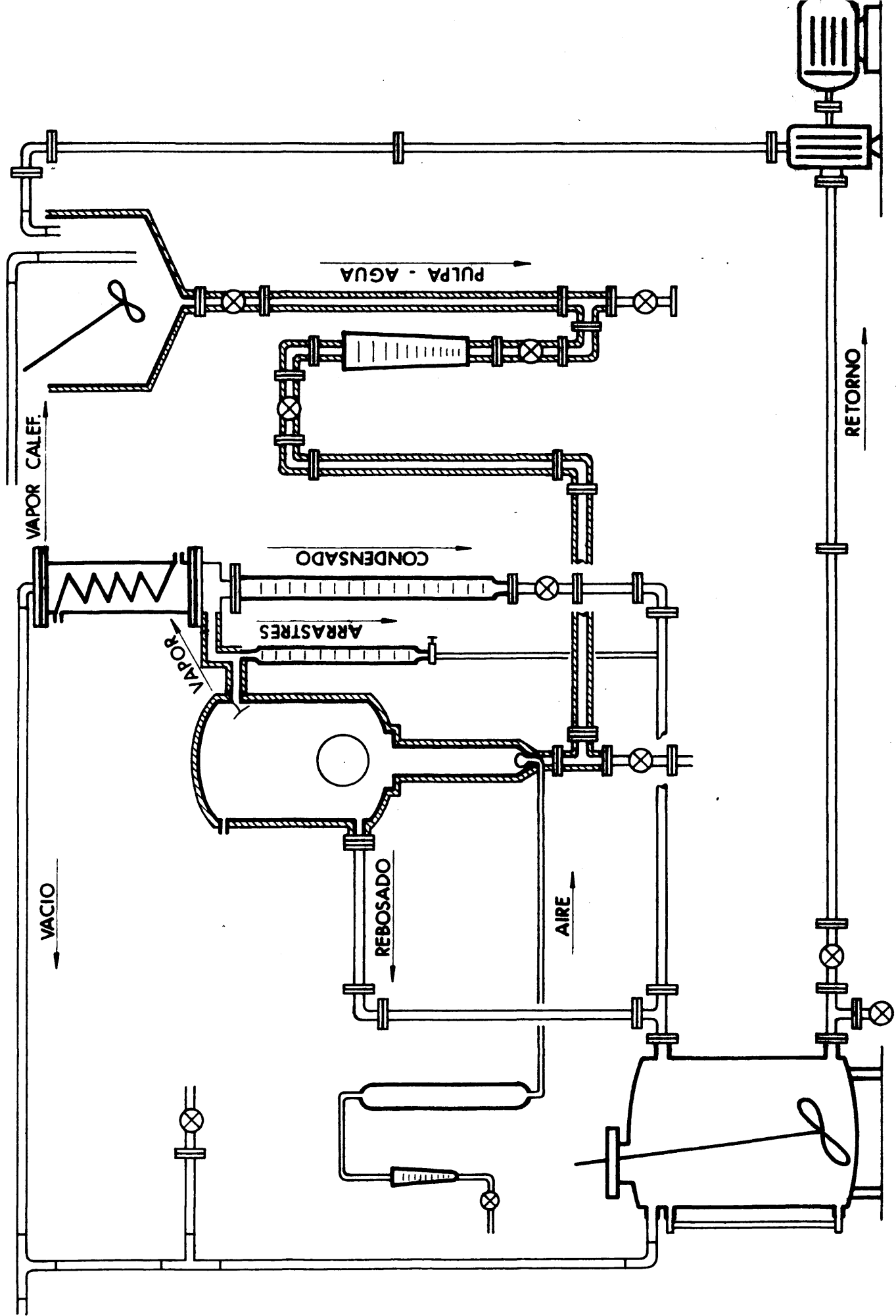


FIG. 2-1.- ESQUEMA GENERAL DE LA INSTALACION.





La fracción de alimentación, agua o pulpa, que no vaporizaba, salía por un rebosadero situado en el lateral de la cámara. Esta conducción del rebosadero, después de recoger el destilado y los arrastres ya medidos, terminaba en otro tanque también de 200 l. de capacidad.

Tanto el tanque de alimentación como la conducción general, tubo vertical, cámara de vaporización y conducción de vapores, estaban aislados térmicamente por medio de lana de vidrio.

Quando se trabajó con pulpas, ambos tanques estaban provistos de agitadores mecánicos, y el que recoge el producto del rebosadero, unido al primero mediante una conducción y una bomba de lodos, con el fin de reciclar la pulpa.

Toda la instalación tenía un sistema de válvulas cuya finalidad era el desagüe y limpieza de la misma.

La parte superior del condensador se conectó a la red de vacío, a la cual también estaba unido el tanque de reboses.

La alimentación, agua o pulpa, se calentaba por medio de vapor.

#### 2.1.2. Cámara de vaporización

La cámara de vaporización (fig. 2.2.) era un recipiente cilíndrico de acero, de 400 mm. de altura, 200 de diámetro y 3 de espesor.

Por la parte inferior entraba el tubo vertical de vidrio. Este estaba acoplado a la cámara por medio de dos bridas, una fija y otra móvil, y un anillo tórico. Dicho dispositivo permitía introducirlo en la cámara a mayor o menor profundidad, al tiempo que hacía cierre estanco.

La parte superior de la cámara estaba provista de dos mirillas laterales y diametralmente opuestas para poder observar la forma en que se producía la vaporización súbita.

En la parte inferior izquierda tenía la salida el rebosadero. En el lado superior derecho las placas deflectoras delante de la salida de vapor, y frente a ellas la toma de presión.

### 2.1.3. Aparatos de medida

Los caudales de alimentación se midieron por medio de un rotámetro, que llevaba montado antes y después de él dos válvulas, cuya finalidad era provocar la suficiente pérdida de carga para evitar fenómenos de cavitación dentro del tubo de medida, al mismo tiempo que regulaban el caudal.

Cuando se trabajó con pulpas fué necesario variar la forma y el peso del flotador, (fig. 2-3). La forma para conseguir que no se atrancara debido a los sólidos en suspensión, y el peso, para con el mismo tubo de rotámetro, obtener distintos órdenes de caudal. Para conseguir ésto último se construyó un flotador en plástico y hueco, de esta manera se podía lastrar con plomo en la medida necesaria.

No obstante, cuando la concentración en sólidos fué superior al 15% en peso, no hubo posibilidad de medir con el rotámetro, debido a que la sedimentación que se producía sobre el flotador lo hacían variar de peso, acababa quedándose bloqueado y por último era muy difícil de ver.

Se intentó conocer el caudal mediante un medidor magnético, pero cuando la concentración de la pulpa era alta, la señal en el voltímetro oscilaba mucho y no era nítida, debido posiblemente a las sales disueltas que contenía la pulpa.

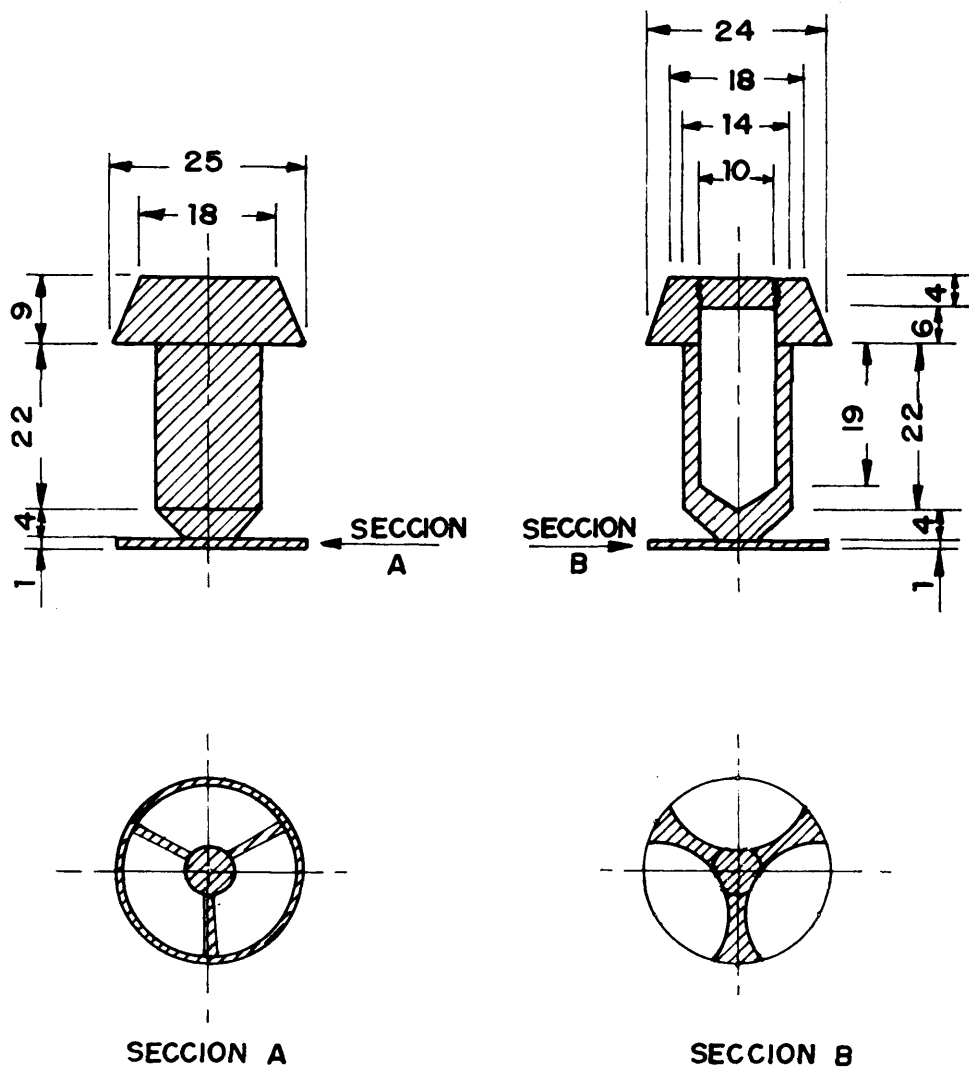


FIG. 2-3.- FLOTADOR ORIGINAL Y VARIACIONES REALIZADAS

Más tarde se idearon unos dispositivos, contruidos en vidrio y basados en el efecto de su boquilla. En los primeros de ellos, fig. 2-4, A, B y C se trató de calibrar la altura que subía el líquido en el tubo, de acuerdo con el caudal, pero el nivel variaba continuamente y a veces se descargaba completamente. En el último dispositivo, figura 2-4, D, se medía la presión del aire contenido en el tubo, por medio de un manómetro diferencial, pero esta presión variaba mucho con la temperatura de la alimentación, por lo que no se consideró práctico su uso.

Más tarde se trató de medir por pesada directa de la pulpa en el tanque final de la instalación, pero las tensiones absorbidas por las conexiones de éste a la red de vacío y a la entrada de pulpa, falseaban las medidas. Utilizando la medida de la altura de líquido en el tanque, tampoco fué posible obtener datos con precisión suficiente.

Por último, se consiguieron medidas correctas, pero muy laboriosas, por medio del dispositivo presentado en la figura 2-5. Consiste en un recipiente metálico, cilíndrico, donde la pulpa cae por gravedad y está siempre rebosando. El caudal por tanto, sólo era función de la altura del rebosadero sobre la boquilla y del diámetro de ésta, así como de la concentración de la pulpa.

Esto obligó a hacer una serie de calibrados con distintas concentraciones y diámetros de boquilla, ya que la altura era una constante.

Los caudales del producto vaporizado y arrastres, se midieron en sendos tubos graduados de vidrio. El destinado al condensado llevaba en la parte superior una placa que distribuía uniformemente el producto.

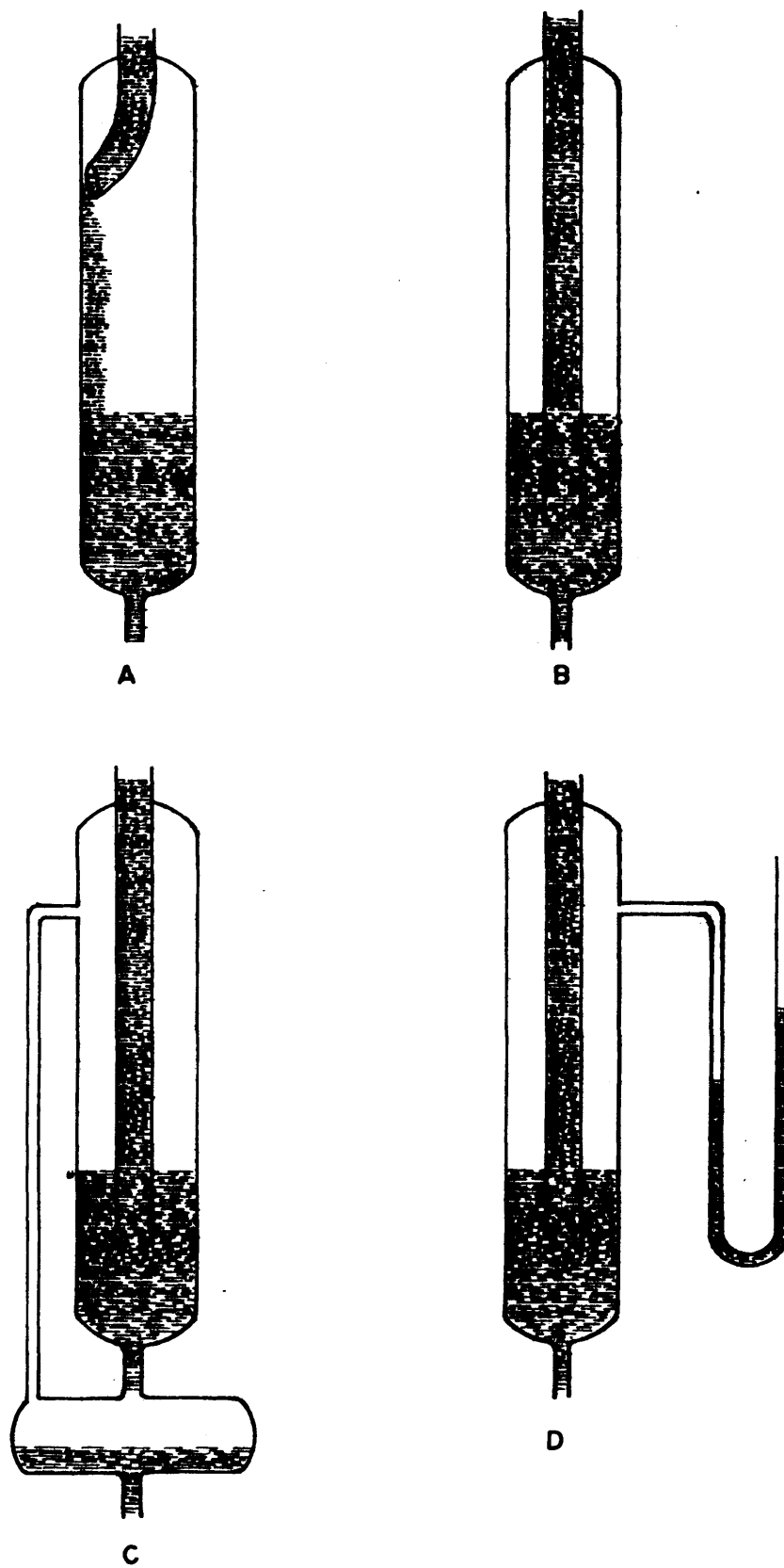


FIG. 2-4.- DISPOSITIVOS PARA LA MEDIDA DE CAUDALES DE PULPAS

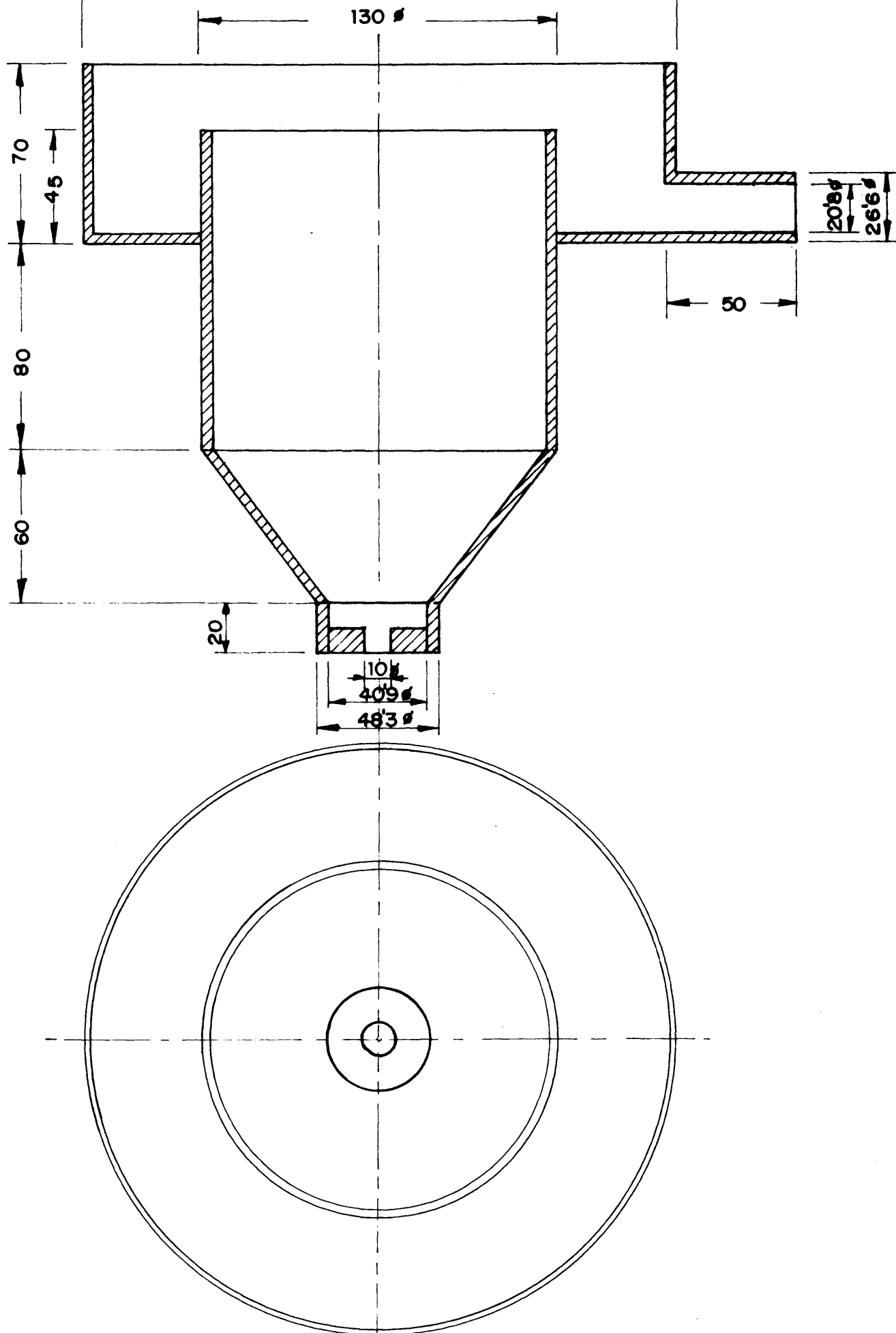


FIG.2-5.-RECIPIENTE PARA MEDIDAS DE CAUDALES DE PULPAS CONCENTRADAS

Las temperaturas de entrada de la alimentación y de vaporización, se midieron mediante termómetros situados uno inmediatamente antes del tubo vertical y otro en la salida del rebo-sadero, en el lateral de la cámara.

La presión interior, por medio de un manómetro diferencial de mercurio, conectado a la parte superior de la cámara y situado en el panel de control, donde también estaba la válvula para regular la presión.

El caudal de aire se midió mediante un rotámetro colocado también en el panel. Antes de ser pulverizado, pasaba por un pulmon de vidrio, cuya finalidad era amortiguar o anular las oscilaciones producidas por la vaporización.

## 2.2. VAPORIZACION SUBITA EN ETAPAS MULTIPLES

Con los datos y experiencia adquiridos en la vaporización en una sola etapa, se diseñó y construyeron dos columnas, una para enfriamiento, de cinco etapas ampliables a seis, y otra de calentamiento, que trabajaba inundada, al mismo tiempo que de columna barométrica, para regular la presión en las cámaras de la columna de vaporización.

### 2.2.1. Descripción de la instalación

Fundamentalmente la nueva instalación (fig. 2-6) constaba de dos circuitos totalmente independientes, pero unidos por los vapores producidos en uno, y condensados en otro.

El primer circuito o circuito de enfriamiento de la alimentación caliente, empezaba en un tanque de unos 300 l. de capacidad, que se unía por medio de una conducción a la columna de enfria-

VAPOR CALEFA

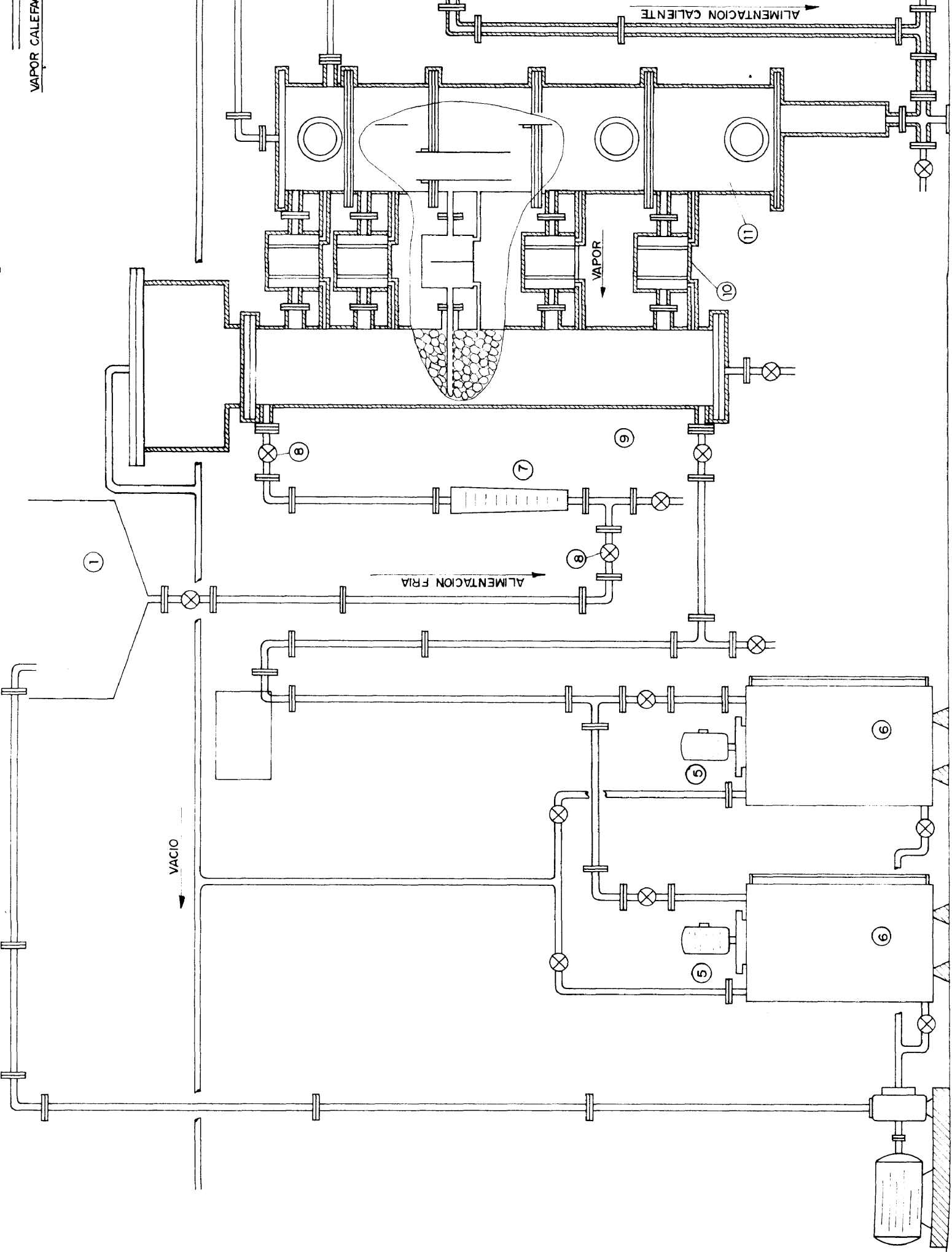


FIG. 2 - 6.- ESQUEMA GENERAL DE LA INS



- 1 TANQUES ALIMENTACION
- 2 VALVULAS CONTRA
- 3 MEDIDOR DE CAUDAL
- 4 CIRCUITO CALEFACCION
- 5 LA INSTALACION
- 6 AGITADORES
- 7 TANQUES RECOGIDA
- 8 MEDIDOR DE CAUDAL
- 9 VALVULAS CONTRA
- 10 COLUMNA CALENTAMIENTO
- 11 SEPARADORES DE VAPOR
- 12 COLUMNA ENFRIAMIENTO

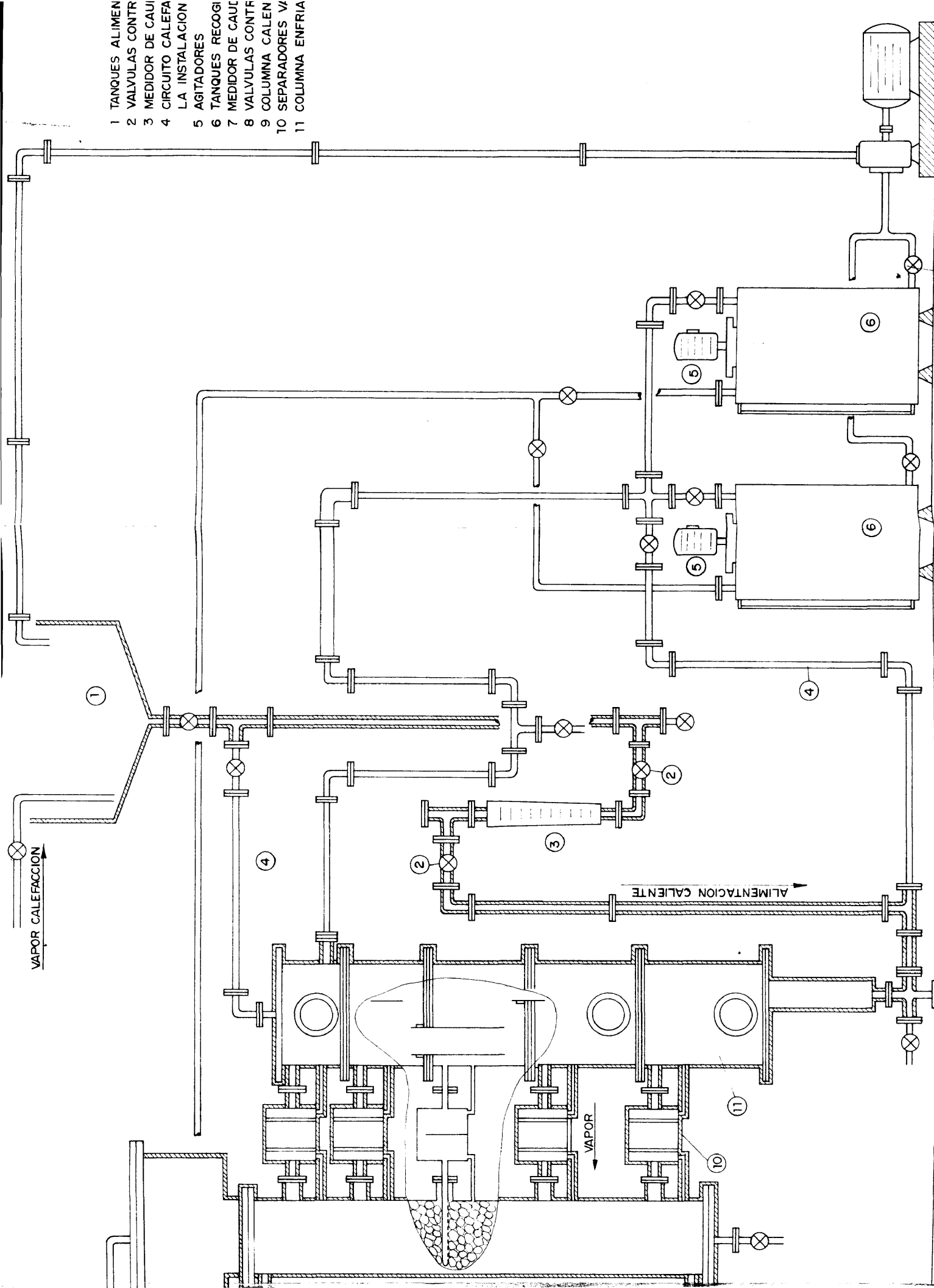


FIG.2 -6.- ESQUEMA GENERAL DE LA INSTACION EN MULTIPLES ETAPAS

miento. En esta conducción estaban montados los aparatos de medida de manera semejante a los descritos en la instalación anterior. Después que la alimentación, que se introducía por la parte inferior de la columna, atravesara las cinco etapas, la parte no vaporizada salía por un rebosadero situado en la última, para terminar en un nuevo tanque.

El segundo circuito o circuito de calentamiento de la alimentación fría, era equivalente al anterior excepto que la columna, en este caso de calentamiento trabajaba inundada y rellena de guijarros para evitar en lo posible corrientes de convección, haciendo de columna barométrica. Además la alimentación iba en contracorriente respecto a la columna de enfriamiento.

Ambas columnas estaban comunicadas por cinco separadores de vapor.

Toda la instalación se calorifugó.

Se conectó a vacío por tres puntos distintos: en la cabeza de la columna de calentamiento y los tanques que recogían la alimentación caliente enfriada y la fría calentada.

Para calentar la columna de etapas, antes de poner en funcionamiento la instalación, se dispuso de otro circuito secundario. Desde el tanque de alimentación caliente se pasaba agua a la columna entrando por la última etapa y cayendo por gravedad hasta la primera, desde donde se llevaba al tanque que recogía el producto no vaporizado, para desde ahí bombearse de nuevo al tanque de alimentación.

Toda la instalación, construida en acero y las conducciones de 1" de diámetro, estaba provista de un sistema de válvulas para su desagüe y limpieza.

Los manómetros diferenciales de mercurio, correspondientes a cada una de las etapas y a la presión de la cabeza de la columna de calentamiento se situaron en un panel aparte.

#### 2.2.2. Columna de enfriamiento

La columna de enfriamiento estaba formada por cinco cilindros metálicos (fig. 2-7) de 300 mm. de diámetro, 4 de espesor y una altura distinta cada uno de ellos, altura que correspondía a la presión (en columna de agua) necesaria para vencer un salto de temperatura de 6 - 8°C.

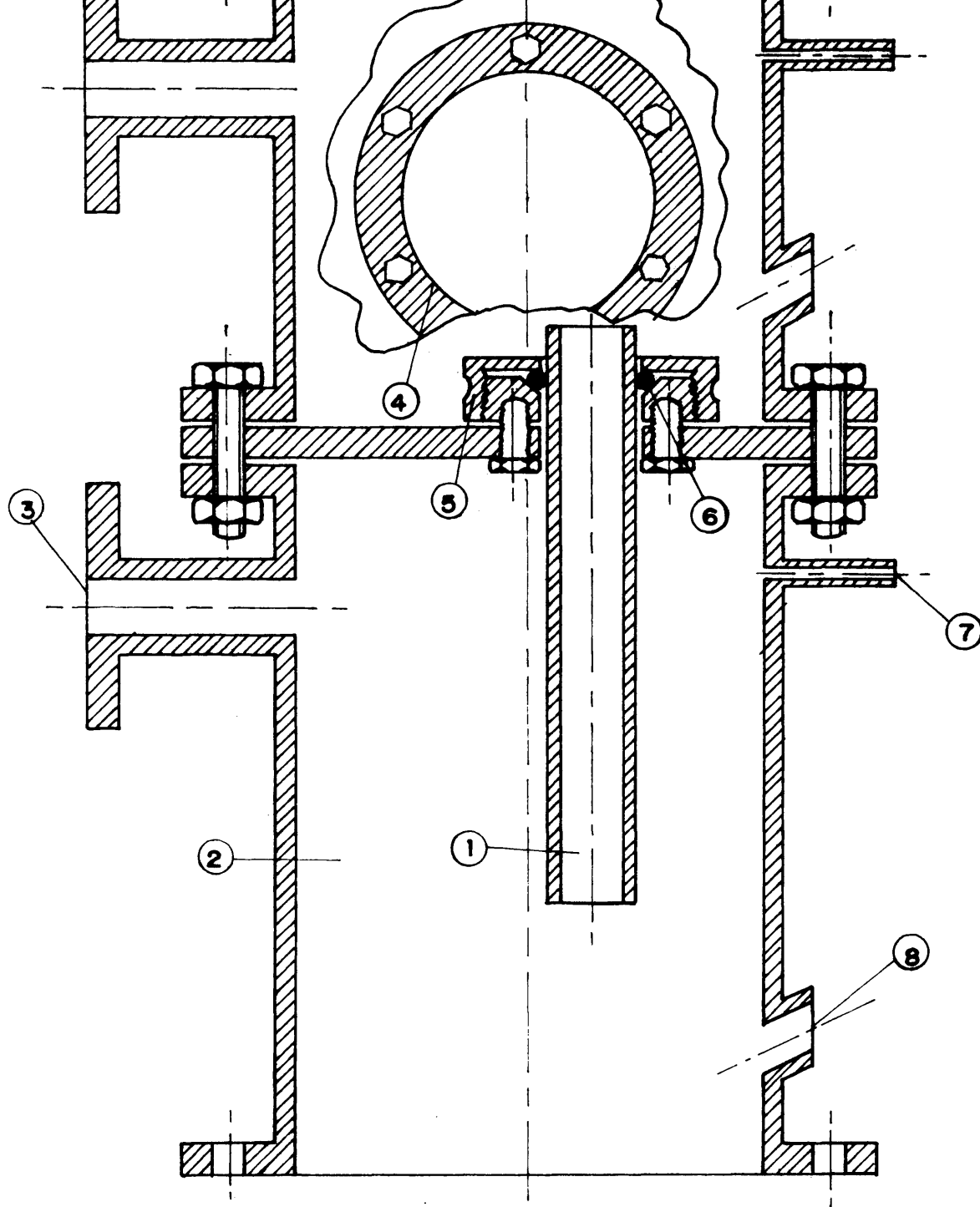
Cada etapa llevaba un alojamiento para un termómetro, una toma de presión y lateralmente, en la parte superior, la salida de vapor. También dos mirillas diametralmente opuestas. La última etapa tenía además un rebosadero para el producto no vaporizado.

La unión entre etapas (fig. 2-8) se hizo mediante unos platos o bridas ciegas (fig. 2-9) que llevaban montado el tubo vertical que las comunicaba. El sistema de montaje de estos tubos verticales (fig. 2-10) cuya longitud era equivalente a la de las etapas, fué similar al descrito en 2.1.2. para el tubo de vidrio, pudiéndose por tanto modificar la altura del tubo dentro de cada cámara.

#### 2.2.3. Columna de calentamiento

La columna de calentamiento estaba formada por un tubo de 160 mm. de diámetro y 1800 de longitud, relleno de guijarros para evitar corrientes de convección.





- 1 TUBO VERTICAL
- 2 CAMARA DE VAPORIZACION
- 3 SALIDA DE VAPOR
- 4 MIRILLA
- 5 TUERCA DE SUJECCION DEL TUBO
- 6 ANILLO TORICO
- 7 TOMA DE PRESION
- 8 ORIFICIO TERMOMETRO

FIG. 2-8.- ETAPAS CONTIGUAS Y TUBO VERTICAL

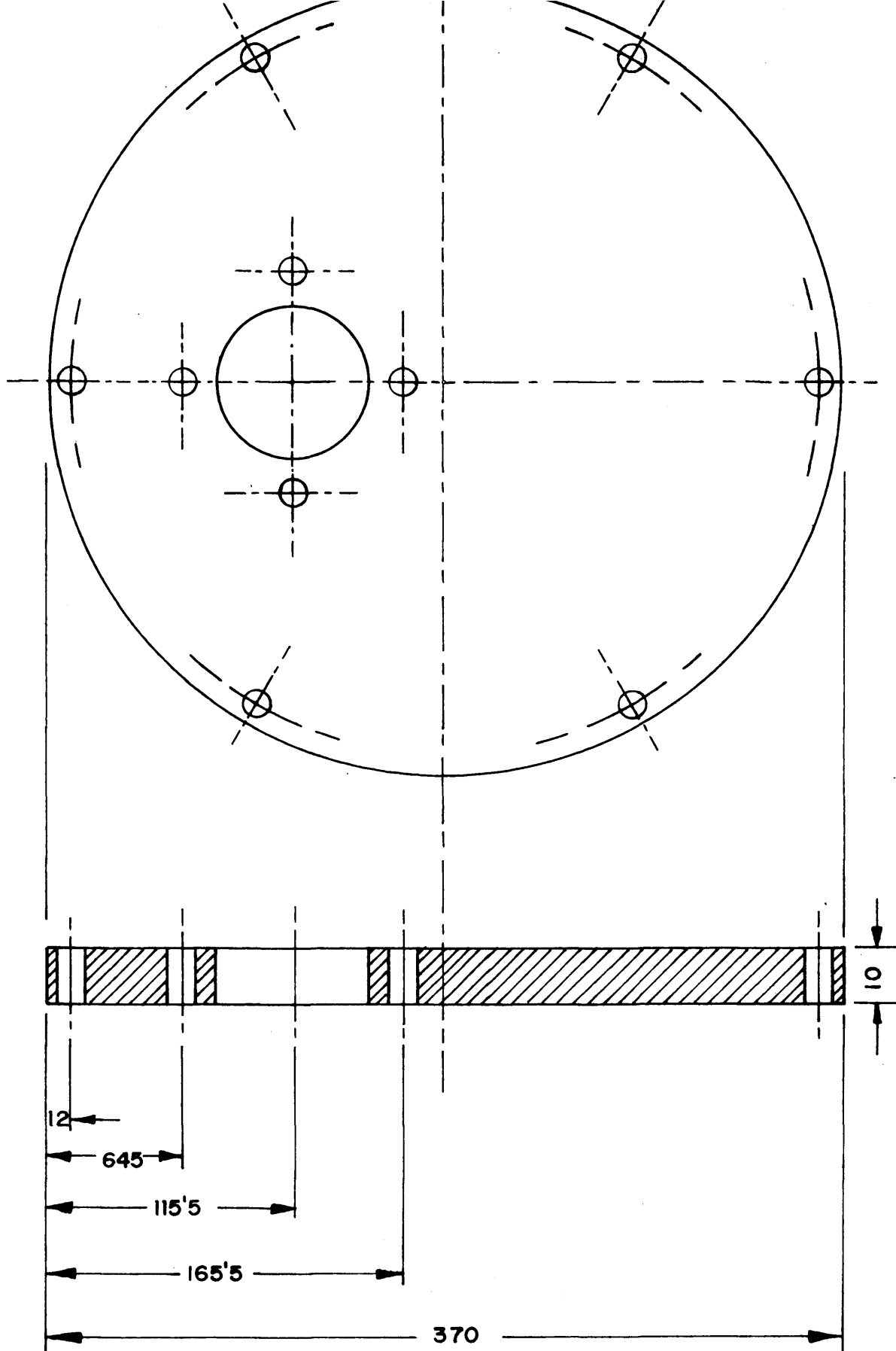


FIG. 2-9.- BRIDA CIEGA ENTRE ETAPAS

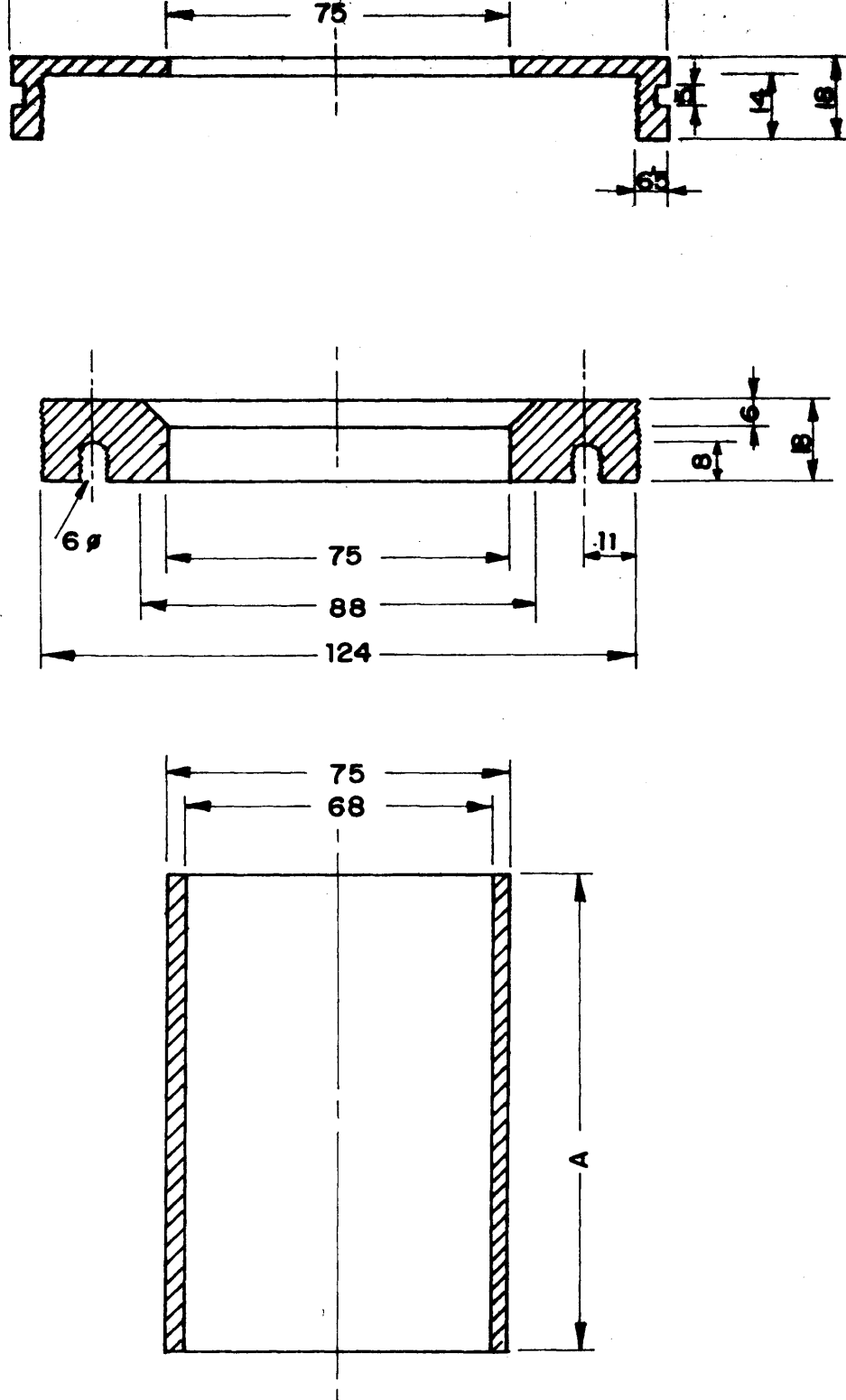


FIG. 2-10.-TUBO VERTICAL Y SISTEMA MONTAJE

Tenía unas entradas de vapor correspondientes a las salidas de vapor de la primera columna, y por tanto, separados entre si una distancia igual a la altura de cada etapa (fig. 2-11)

Por la cabeza de esta columna se hacía vacío, de esta manera se conseguía que trabajase como columna barométrica, ya que la presión en cada entrada de vapor, o lo que es igual, en cada etapa de la columna de enfriamiento, era la presión en la cabeza más la correspondiente a la columna de agua (o pulpa) hasta ese punto.

Con el fin de que el vapor procedente de la última etapa condensara completamente, y no hubiese pérdidas por arrastre del vacío, a esta columna se le montó en la parte superior un cuerpo de mayor diámetro, también relleno de guijarros.

#### 2.2.4. Separadores de arrastre

La unión entre columnas se hizo mediante unos dispositivos que permitían:

- a) Que el vapor circulase de una a otra sin pérdida apreciable de presión.
- b) Separar los arrastres producidos en la vaporización y volverlos a su columna de procedencia.
- c) Evitar que durante la puesta en marcha, y antes de llegar a régimen, la alimentación fría pasase por vasos comunicantes a la columna de enfriamiento y la inundase.

Este dispositivo consistía en unos cilindros metálicos de 300 mm. de altura y 150 de diámetro, (fig. 2-12), divididos interiormente por una pared que no llegaba a la parte superior, zona por donde pasaba el vapor. Cada lado tenía un desagüe que iba a



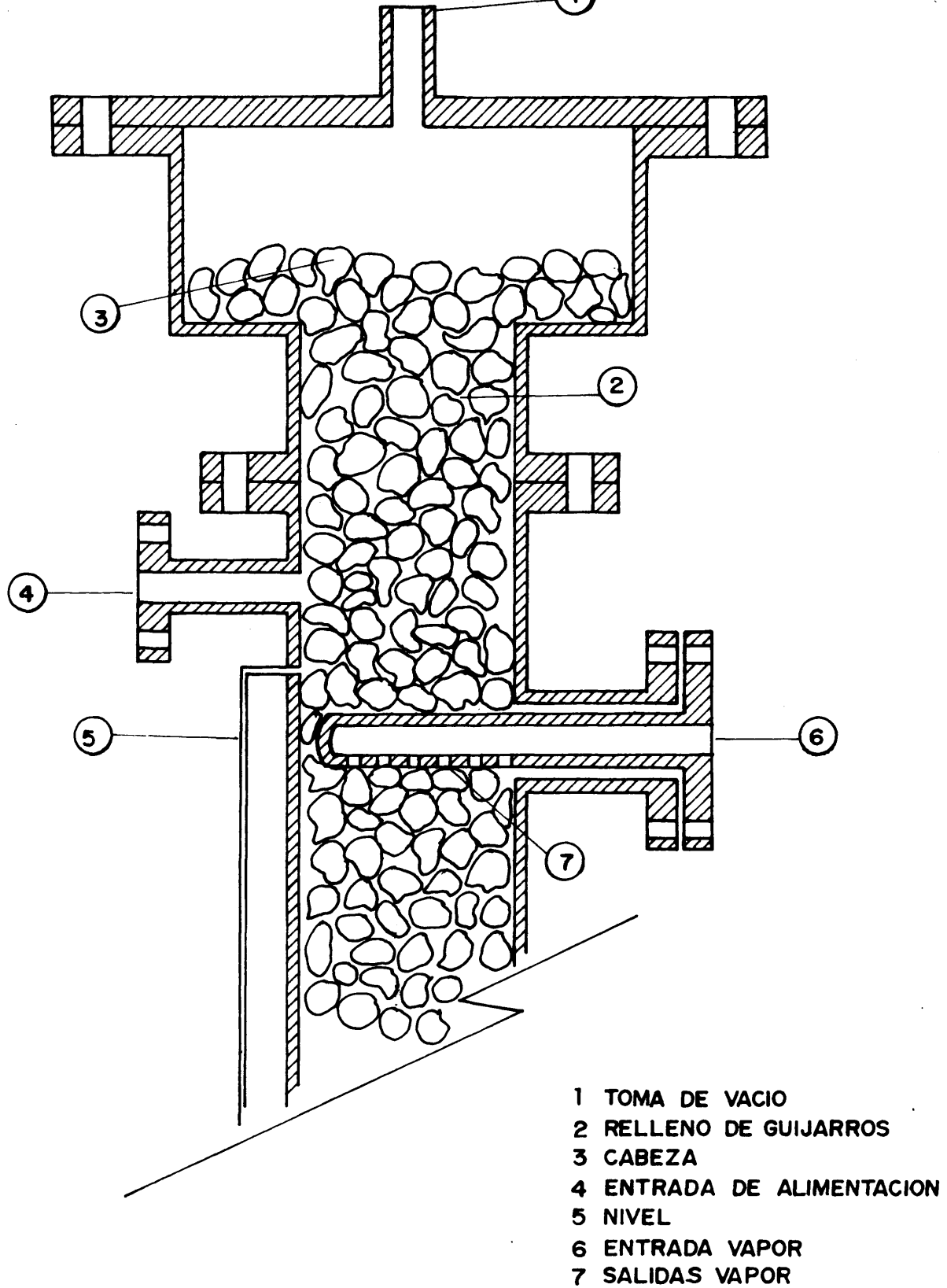
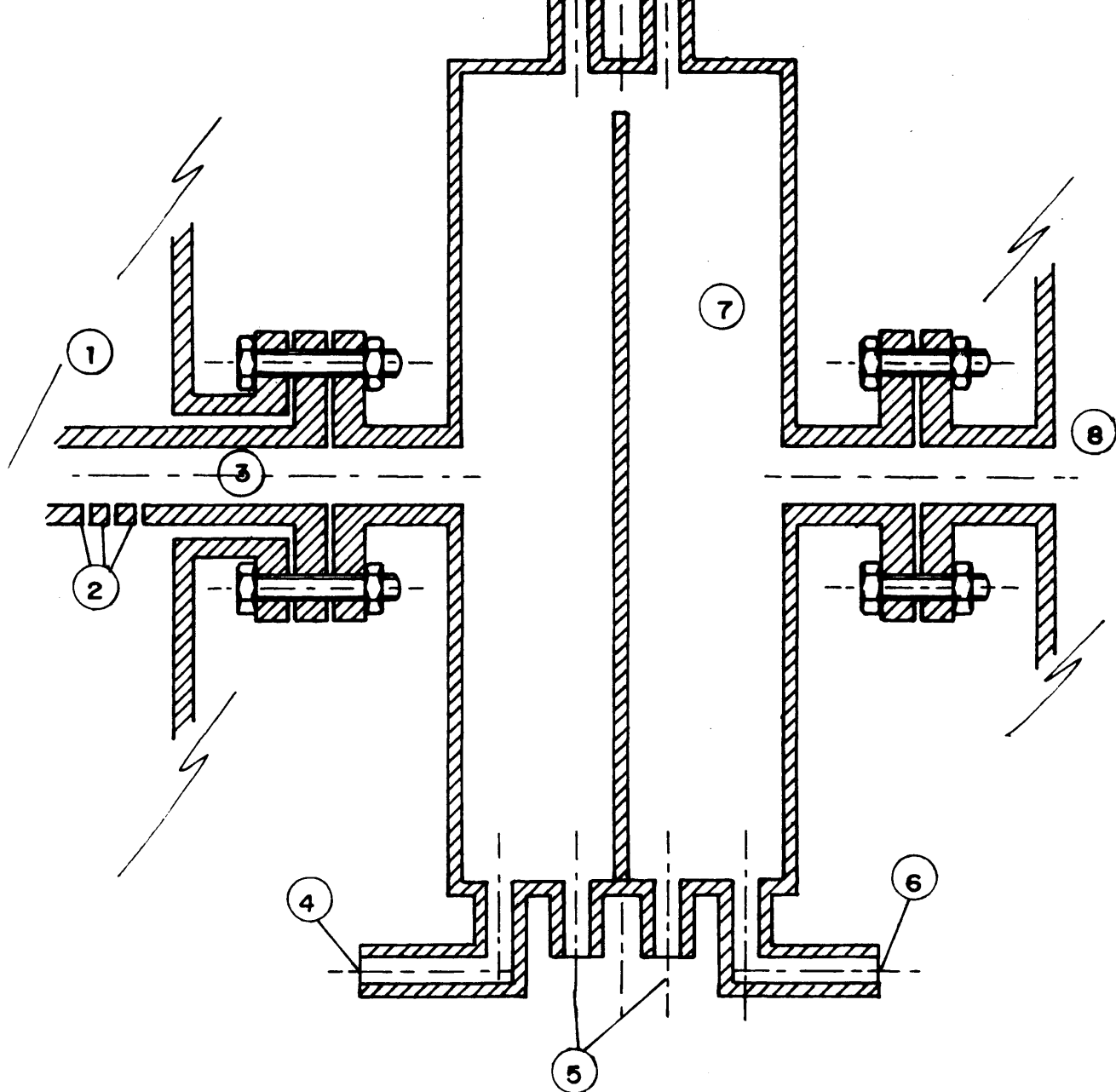


FIG. 2-11.- COLUMNA DE CALENTAMIENTO



- 1 COLUMNA CALENTAMIENTO
- 2 ORIFICIOS SALIDA VAPOR
- 3 TUBO PASO VAPOR
- 4 TUBO REGRESO DE LIQUIDO A COLUMNA
- 5 TOMAS PARA NIVELES
- 6 TUBO REGRESO ARRASTRES
- 7 RECIPIENTE TRAMPA
- 8 COLUMNA ENFRIAMIENTO

FIG. 2-12.-TRAMPA PARA ARRASTRES DEL VAPOR  
Y UNION ENTRE COLUMNAS

su columna correspondiente, y unos niveles que permitían ver a qué altura se producía la vaporización, en el caso de no verse por las mirillas, al tiempo que mostraban cuando una etapa se había inundado.

#### 2.2.5. Puesta en marcha, operación y parada

Para el funcionamiento de la instalación fué necesario hacer uso de la instalación de servicios de que dispone el laboratorio de la planta.

El vacío se obtuvo por medio de una bomba de anillo hidráulico tipo SIHI, movida por un motor de 25 C.V.

El vapor para la calefacción de la alimentación se consiguió mediante una caldera de 300 Kgr/h. a 5 Kgr/cm<sup>2</sup>.

Para poner en marcha la instalación, primero se calentaba la columna de enfriamiento, por medio de agua caliente y el circuito destinado a este fin y descrito en 2.2.1., hasta conseguir una temperatura igual a la de trabajo. Llegado a ésta se cerraba el mencionado circuito, poniéndose la presión de trabajo, para después comenzar a introducir la alimentación caliente. Cuando se producía la vaporización súbita en la primera etapa, se daba paso a la alimentación fría, con un caudal algo inferior a la de la caliente. De esta manera se conseguía el llenado simultáneo de ambas columnas sin que las trampas de vapor actuaran como vasos comunicantes. Una vez que en todas las etapas se producía la vaporización se regulaban los caudales hasta poner los de trabajo, tratando siempre de evitar fenómenos de cavitación

en el rotámetro para la alimentación caliente. Después de pocos minutos se llegaba a régimen.

Para parar la instalación, en primer lugar se paraban las alimentaciones, después se rompía el vacío a través de los tubos que conectaban las cámaras con sus correspondientes manómetros. Por último se abrían todos los desagües y se limpiaba la instalación.

### 3. TECNICA EXPERIMENTAL Y RESULTADOS EN VAPORIZACION SUBITA

#### 3.1. INTRODUCCION

En la instalación de vaporización en una sola etapa se trabajó con dos alimentaciones distintas: agua y pulpa.

El agua sirvió, en primer lugar, para poner a punto la instalación así como los sistemas de medida. También con ella se estudió cual era el diámetro y longitud óptimos para una mejor vaporización. Una vez conseguido esto se pasó a la experimentación propiamente dicha.

Terminada esta con agua se repitieron las mismas operaciones con pulpa, por ello, al hablar de alimentación se entiende que es agua, y después, en las mismas condiciones, pulpa.

#### 3.2. METODO OPERATORIO CON ALIMENTACION AGUA/PULPA EN UNA SOLA ETAPA

Se preparaba una alimentación de 200 litros aproximadamente, calentada mediante vapor a la temperatura programada para la experiencia. Fijada la presión inicial de trabajo y llevada la instalación a régimen se iniciaba la experimentación. Cada 4 ó 5 minutos se medía: caudal de alimentación, temperatura de entrada a la cámara, temperatura en el interior de ésta, cantidad de producto vaporizado (volumen condensado en un determinado tiempo) y arrastres producidos.

Hechas estas medidas se variaba la presión para aumentar en un grado centígrado la diferencia de temperatura entre la entrada a la cámara y el interior de esta.

Quando se llegaba a un salto de temperatura de 12-14°C. se daba por terminada la experiencia.

Después de esto se bombeaba el producto al tanque de alimentación para realizar un nuevo ensayo, modificando una de las variables (temperatura de entrada, concentración de la pulpa ...) que afectan al proceso.

En otras series de experiencias se inyectaba aire en el tubo vertical en el momento de la vaporización. Su finalidad era favorecer esta con la formación de pequeñas burbujas.

### 3.2.1. Dificultades en la toma de datos

Debido a la fuerte agitación que produce la vaporización súbita, y al fenómeno en sí, las medidas de temperatura y líquido condensado presentan una dispersión amplia.

La temperatura de entrada que se medía inmediatamente antes del ensanchamiento del tubo vertical, a veces se afectaba por burbujas de la vaporización, ya que esta se producía esporádicamente delante del termómetro.

La temperatura de la cámara variaba continuamente en un intervalo de  $0,5 - 1^{\circ}\text{C}$ . Esta oscilación es consecuencia de la relativa intermitencia de la vaporización.

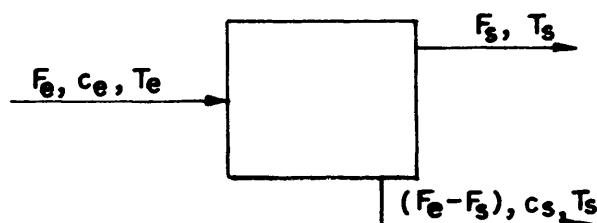
Este fenómeno es también el causante de que el producto vaporizado y condensado llegue de forma discontinua a la zona destinada para su medida.

Por otra parte, la medida del caudal de pulpa presenta dificultades, que se acrecientan, al experimentar con pulpas muy concentradas por la sedimentación rápida de los sólidos en suspensión que hace muy difícil cualquier operación.

### 3.2.2. Eficacia de la operación

Se ha definido la eficacia como el cociente entre el vapor producido y el que habría de producirse teóricamente, de acuerdo con la diferencia de temperatura entre la del caudal de alimentación y la de la cámara.

La cantidad de vapor que tendría que producirse se obtiene por medio de un balance energético:



Los calores específicos de la alimentación,  $c_e$ , y del producto rebosado,  $c_s$ , se suponen iguales, ya que tanto la variación de la concentración (en la pulpa) entre la corriente de entrada y salida de la cámara, como la influencia de ambas temperaturas, es despreciable.

La temperatura de la cámara,  $T_s$ , que es la correspondiente a la presión a que está sometida, es la misma que la temperatura del producto rebosado.

Por tanto

$$c_e = c_s = c \quad (3-1)$$

Estableciendo el balance entre la entrada y salida de la cámara se obtiene:

$$F_e \cdot c \cdot T_e = (F_e - F_s) \cdot c \cdot T_s + F_s \cdot H_{T_s} \quad (3-2)$$

de donde se deduce que la cantidad de vapor obtenido,  $F_s$ , es:

$$F_s = \frac{F_e \cdot c}{H_{T_s} - c \cdot T_e} (T_e - T_s) \quad (3-3)$$

En este balance tampoco se ha considerado el calor absorbido por el aire inyectado, en las experiencias que se utilizó, dado que su calor específico hacen que en el balance de energía sean despreciables.

La cantidad de producto condensado viene dada por la ecuación:

$$F = \frac{d \cdot s}{\theta} \quad (3-4)$$

siendo  $d$  la altura de líquido en el tubo de medida,  $s$  su sección y  $\theta$  el tiempo de medida.

De esta manera la eficacia queda:

$$E = \frac{F}{F_s} = \frac{\frac{d \cdot s}{\theta}}{\frac{F_e \cdot c (T_e - T_s)}{H_{T_s} - c \cdot T_e}} \times 100 \quad (3-5)$$

despues de ordenar la ecuación se llega finalmente a la expresión:

$$E = 100 \frac{d \cdot s \cdot (H_{T_s} - c T_e)}{F_e \cdot \theta \cdot c (T_e - T_s)} \quad (3-6)$$

### 3.2.3. Niveles de experimentación con agua

Se utilizaron tres caudales distintos, 110, 80 y 50 gr/seg. Con cada uno de ellos se batió una zona de temperaturas de entrada entre 80 y 30°C., utilizando en cada caso variaciones de temperatura comprendidas entre los 3 y 13°C.

Todas las experiencias se realizaron por duplicado y en algunos casos por triplicado.

Con los dos caudales de alimentación extremos, 110 y 50 gr/seg. se repitieron las experiencias utilizando dos caudales distintos de aire (745 y 215 cm<sup>3</sup>/min.) en el momento de la vaporización, cubriendo como en los casos anteriores distintas temperaturas de entrada y saltos de temperatura.



#### 3.2.4. Datos experimentales con agua

Las tablas 3-2-1 y 3-2-2 representan un gráfico de todas las experiencias que se realizaron con agua. En cada recuadro se indica el número de la tabla donde aparecen los valores numéricos de dichos ensayos.

En las figuras 3-1 a 3-4 se ha representado el valor de la eficacia frente al salto de temperatura de vaporización, obteniéndose así unas bandas de rendimientos.

De estas representaciones se puede deducir en principio que el balance calorífico, en algunos casos, no llega a cerrarse, esto es debido posiblemente a la dificultad antes expresada de la toma de datos a la escala que se ha trabajado.

No se aprecia de forma clara como influye cada una de las variables en los resultados obtenidos, por esta circunstancia y pretendiendo sistematizar dichos resultados se realiza posteriormente un estudio estadístico.

#### 3.2.5. Niveles de experimentación con pulpa

En la experimentación con pulpa fué necesario introducir una nueva variable, la concentración de esta.

Los niveles de concentración fueron 5, 15, 25, 30, 35 y 45% en peso.

Con pulpas al 5% se utilizaron tres niveles de alimentación, 110, 80 y 65 gr/sg. La temperatura de entrada se varió entre 70 y 40°C, haciéndose también los ensayos por duplicado para después repetirlos con dos caudales de aire, 400 y 100 cm<sup>3</sup>/min.

En la experimentación al 15% no se utilizó aire, debido a los resultados desfavorables obtenidos con él.

Con pulpas al 25% solo se utilizaron dos temperaturas

**TABLA 3-2-1**

SIN AIRE			
CAUDAL TEMP	50	80	110
85	TABLA 3-1		
80	TABLA 3-2	TABLA 3-10	TABLA 3-30
70	TABLA 3-3 TABLA 3-4	TABLA 3-11 TABLA 3-12	TABLA 3-31
60	TABLA 3-5	TABLA 3-13 A TABLA 3-19	TABLA 3-32
50	TABLA 3-6 TABLA 3-7	TABLA 3-20 A TABLA 3-24	TABLA 3-33
40	TABLA 3-8	TABLA 3-25 A TABLA 3-27	TABLA 3-34
30	TABLA 3-9	TABLA 3-28 TABLA 3-29	TABLA 3-35

**TABLA 3-2-2**

CON AIRE 215 cm. min. <sup>-1</sup>		
CAUDAL TEMP	50	110
70	TABLA 3-36	TABLA 3-39
50	TABLA 3-37	TABLA 3-40
30	TABLA 3-38	TABLA 3-41
CON AIRE 745 cm. min. <sup>-1</sup>		
CAUDAL TEMP	50	110
70	TABLA 3-42 TABLA 3-43	TABLA 3-47
50	TABLA 3-44	TABLA 3-48
30	TABLA 3-45 TABLA 3-46	TABLA 3-49

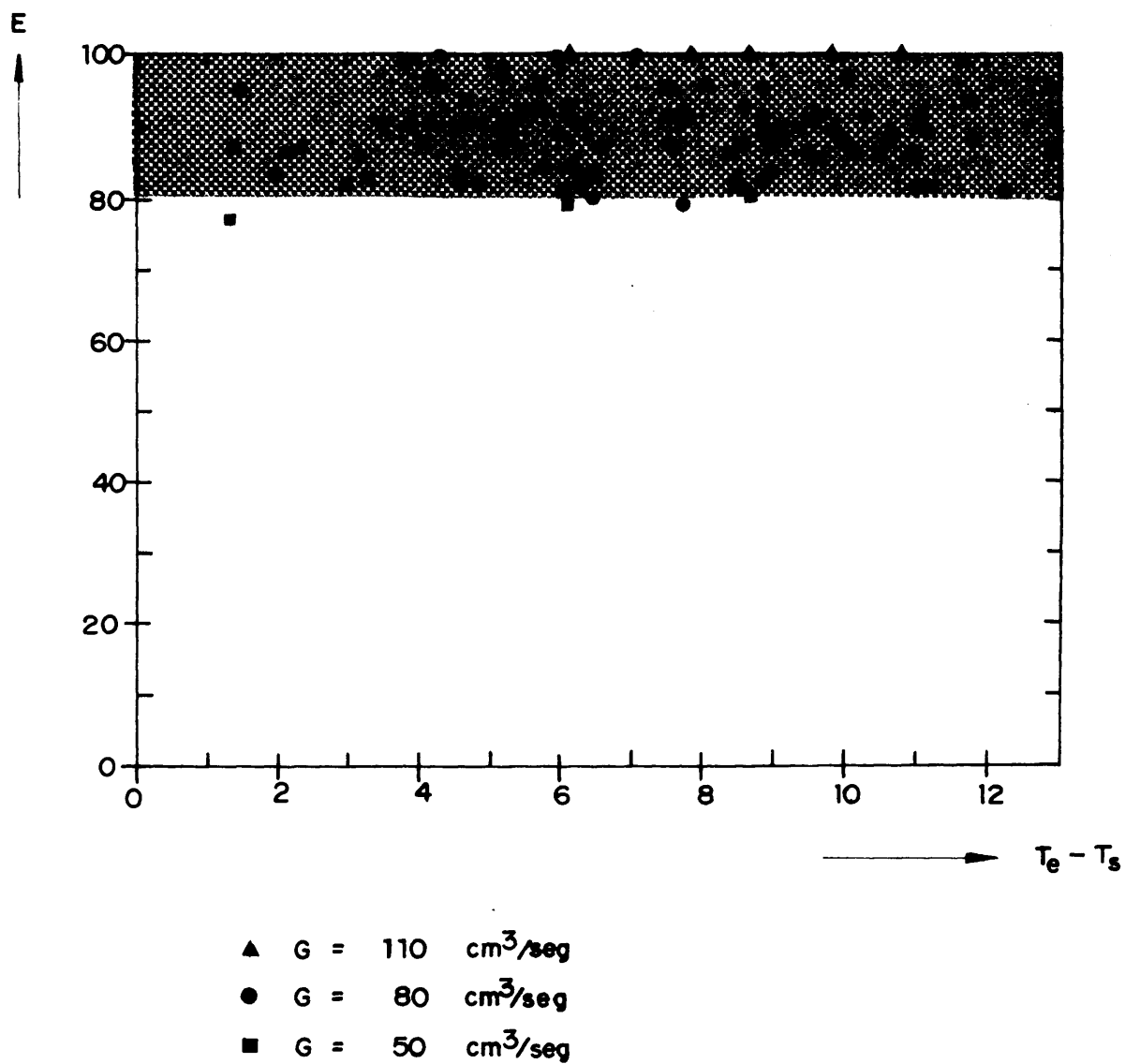


FIG. 3-1.-  $E = f(\Delta T)$ , PARA DISTINTOS CAUDALES DE AGUA

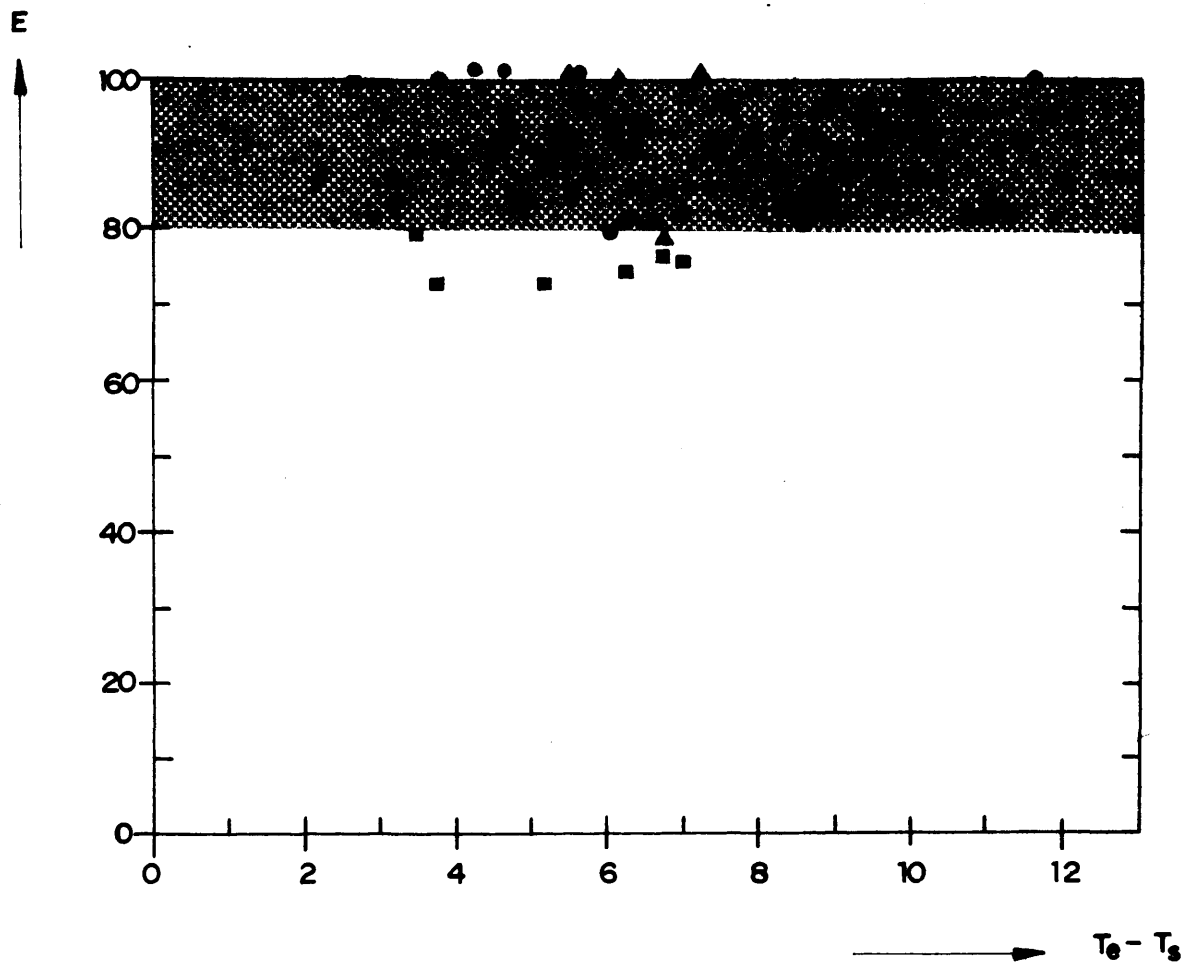


FIG. 3-2. -  $E = f(\Delta T)$  PARA AGUA Y AIRE

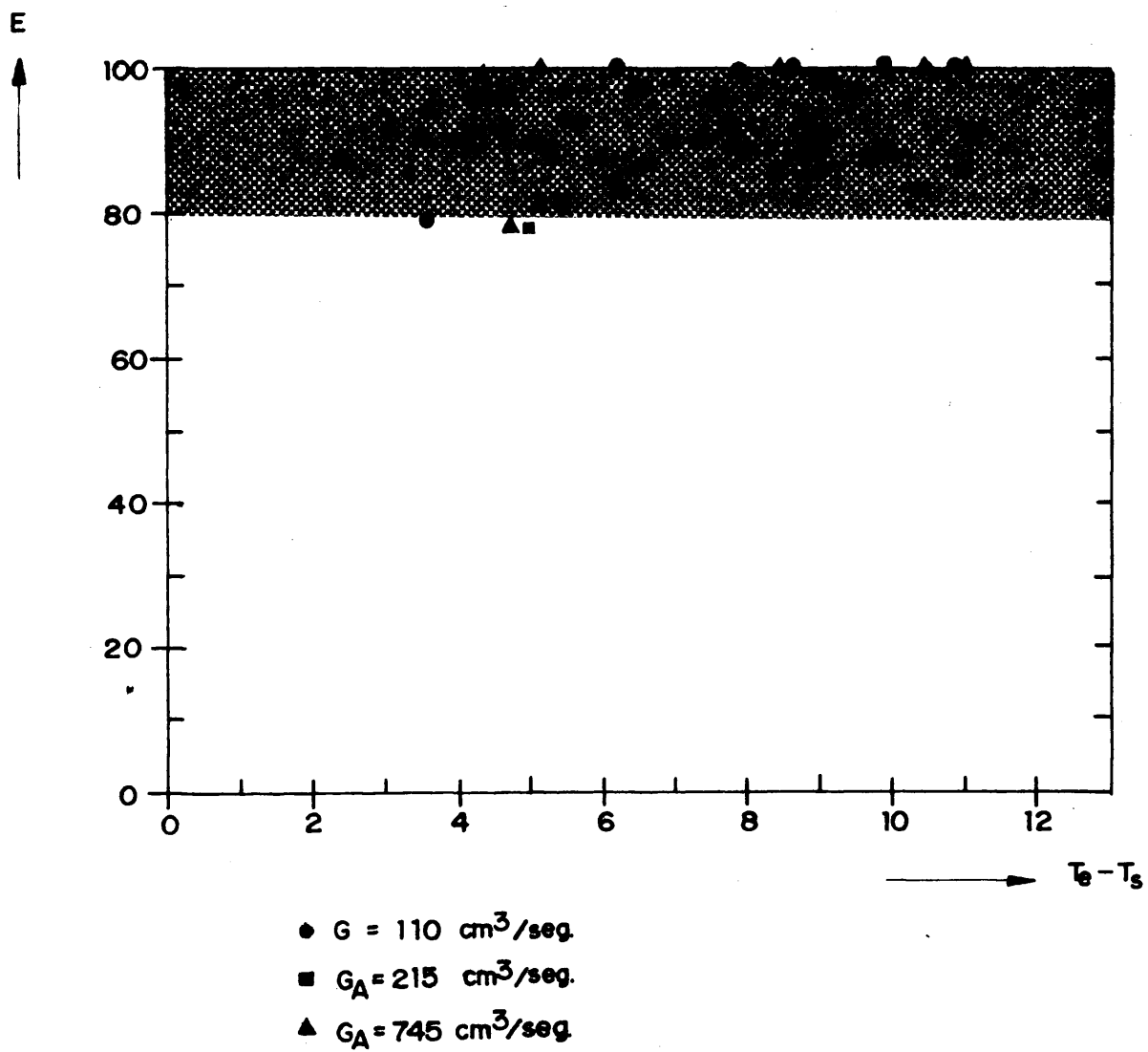


FIG. 3-3.-  $E = f(\Delta T)$  PARA AGUA Y AIRE

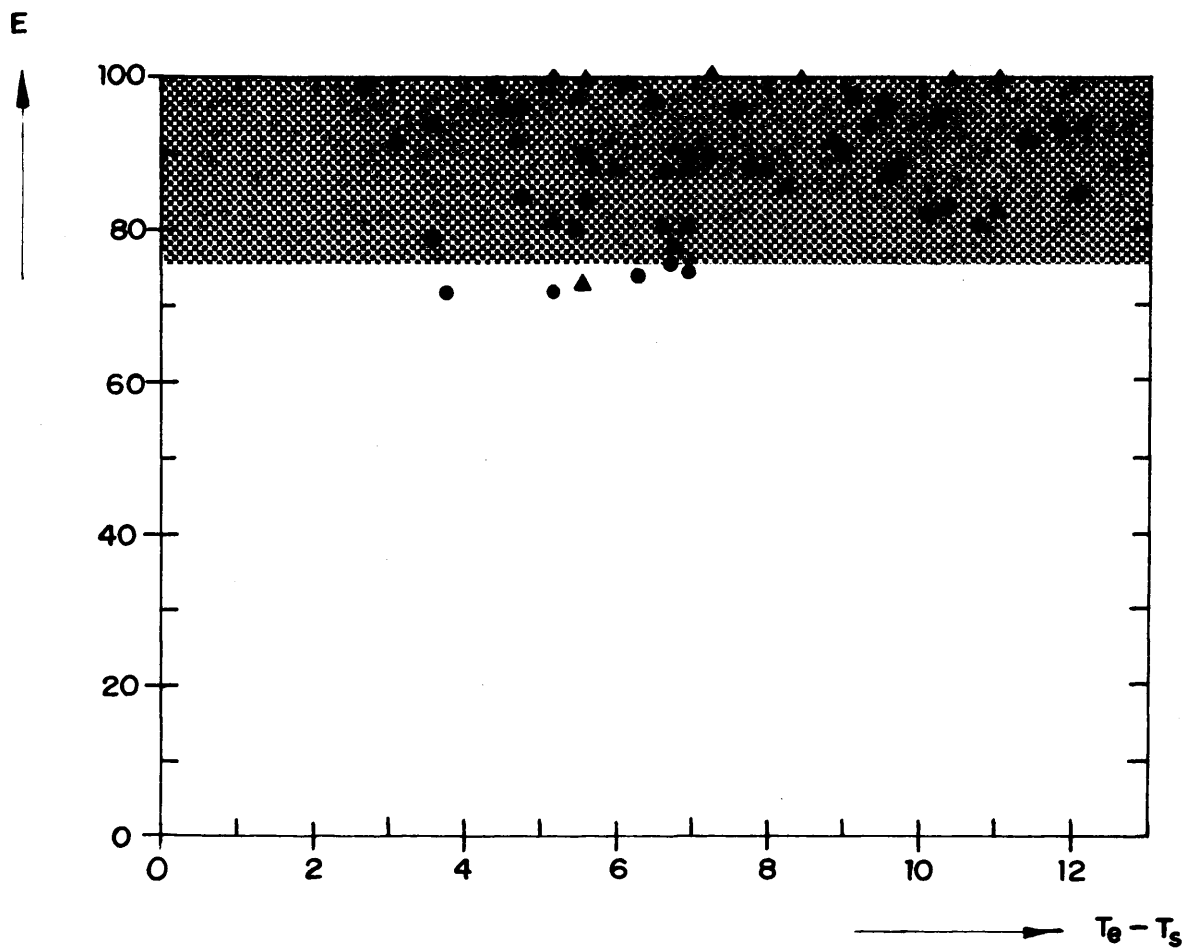


FIG. 3-4.-  $E = f(\Delta T)$  PARA DISTINTOS CAUDALES DE AIRE

de entrada, 50 y 60°C, aunque sí distintos niveles de alimentación.

La experimentación se concluyó trabajando al 30, 35 y 45 %.

Esta última pulpa era ya tan espesa que hacía muy difícil su manejo.

### 3.2.6. Datos experimentales con pulpa

En las tablas 3-2-3 a 3-2-5 se representan unos gráficos de todas las experiencias con pulpa. En cada casilla se indica el número de la tabla donde aparecen los valores numéricos de dichas experiencias.

De la misma manera que con alimentación agua, en las figuras 3-5 a 3-11 se ha representado el valor de la eficacia frente al salto de temperatura, para las distintas concentraciones de la pulpa.

### 3.2.7. Estudio estadístico de los valores obtenidos

No es fácil ver de forma clara como influyen las variables estudiadas en los resultados obtenidos, por esta razón, y pretendiendo sistematizar dichos resultados se ha realizado con ellos un estudio estadístico simple.

Se ha considerado que la eficacia de la operación es función de tre o cuatro variables, dependiendo esto, de la experiencia en sí. Consecuencia de ello se han hecho cinco estudios distintos:

- 1º. Experiencias sólo con agua
- 2º. id. con agua y aire
- 3º. id. con pulpa a distinta concentración
- 4º. id. con pulpa y aire
- 5º. Relación experiencias pulpa experiencias agua.

En todos los casos se ha realizado un análisis de la



CONCENTRACION 5 %			
SIN AIRE			
CAUDAL TEMP.	65	80	110
70	TABLA 3-50	TABLA 3-55	TABLA 3-59
60	TABLA 3-51	TABLA 3-56 TABLA 3-57	TABLA 3-60
50	TABLA 3-52 TABLA 3-53	TABLA 3-58	TABLA 3-61
40	TABLA 3-54		TABLA 3-62
CON AIRE 400 cm <sup>3</sup> /min.			
CAUDAL TEMP.	65		110
70	TABLA 3-63		
40	TABLA 3-64		TABLA 3-65
CON AIRE 100 cm <sup>3</sup> /min.			
CAUDAL TEMP.	65		110
70	TABLA 3-66		TABLA 3-68
40	TABLA 3-67		TABLA 3-69

CONCENTRACION 15 %		
CAUDAL TEMP	65	110
70		TABLA 3-73
50	TABLA 3-70	TABLA 3-74
40	TABLA 3-71 TABLA 3-72	TABLA 3-75 TABLA 3-76

TABLA 3-2-5

CONCENTRACIONES			
25	30	35	45
TABLA 3-77	TABLA 3-79	TABLA 3-80	TABLA 3-81
TABLA 3-78			

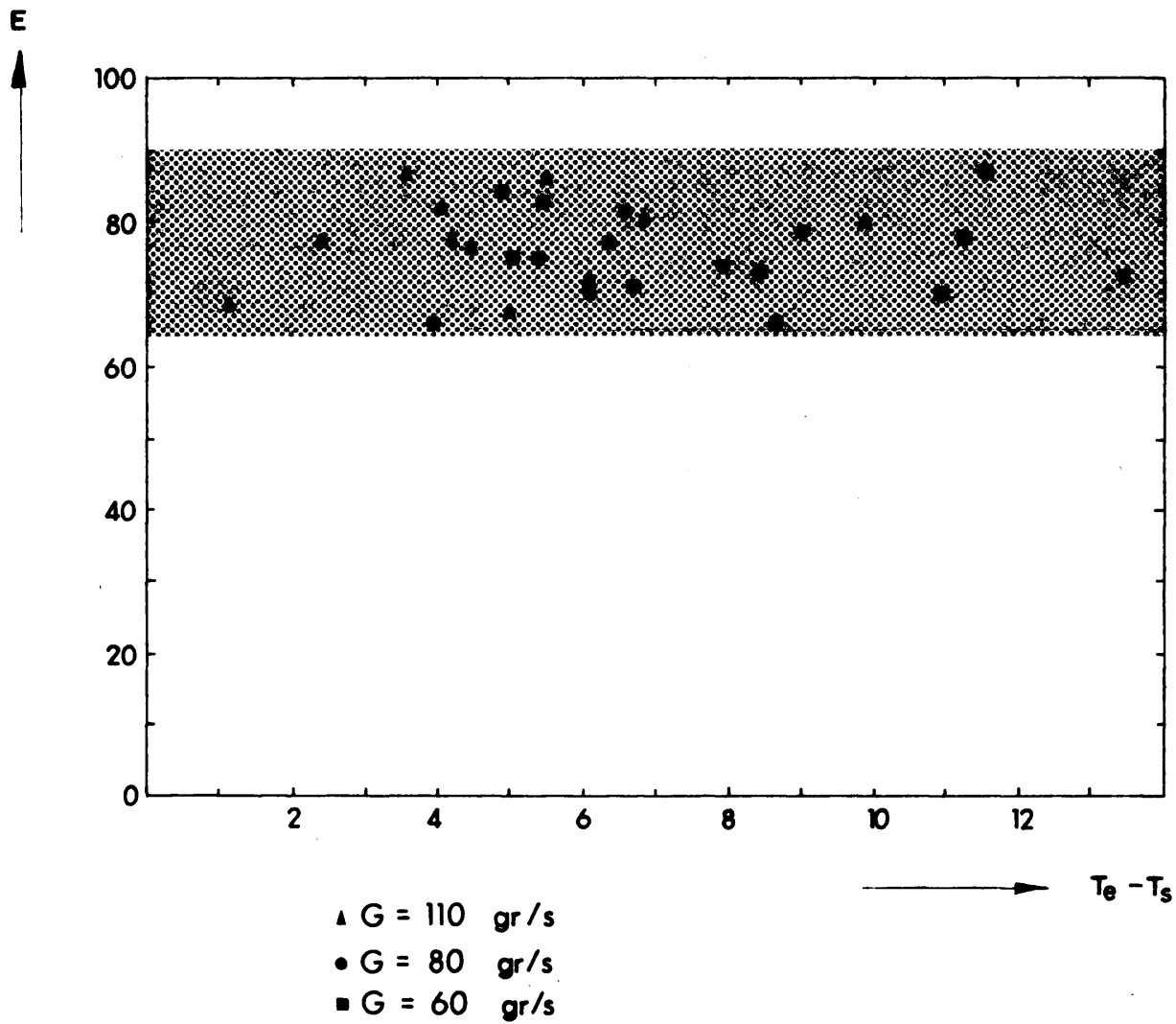


FIG. 3-5.-  $E=f(\Delta T)$  PARA DISTINTOS CAUDALES DE PULPA AL 5%

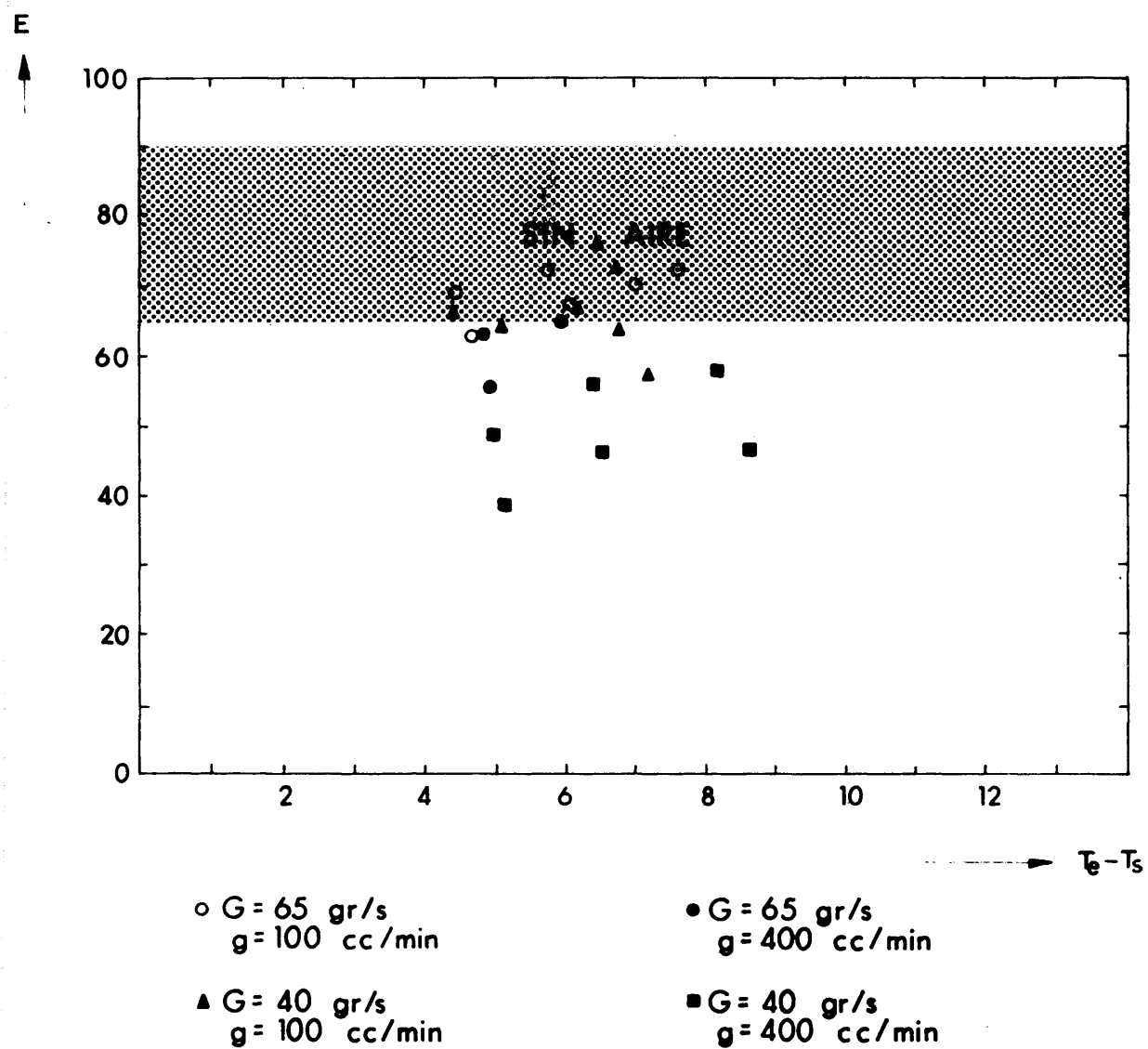


FIG. 3-6.-  $E = f(\Delta T)$  PARA DISTINTOS CAUDALES DE PULPA AL 5% Y AIRE

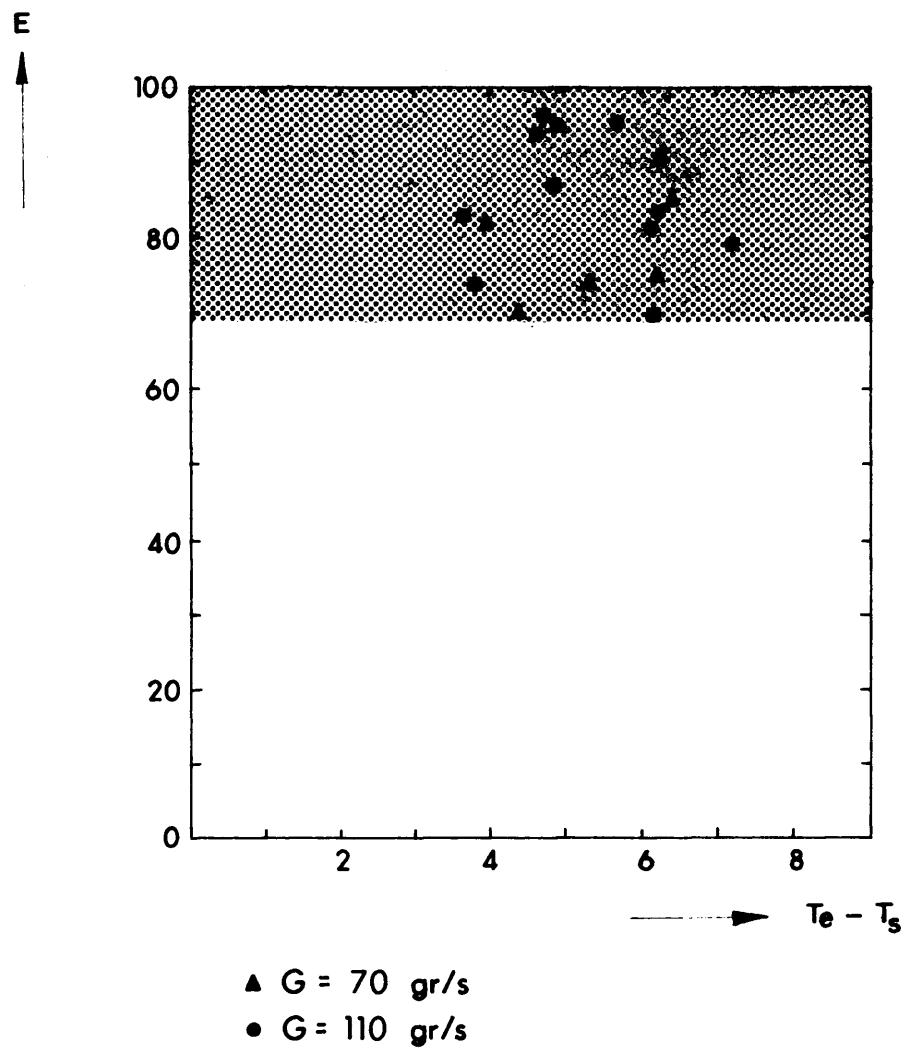


FIG. 3-7.-  $E = f(\Delta T)$  PARA DISTINTOS CAUDALES DE PULPA AL 15 %

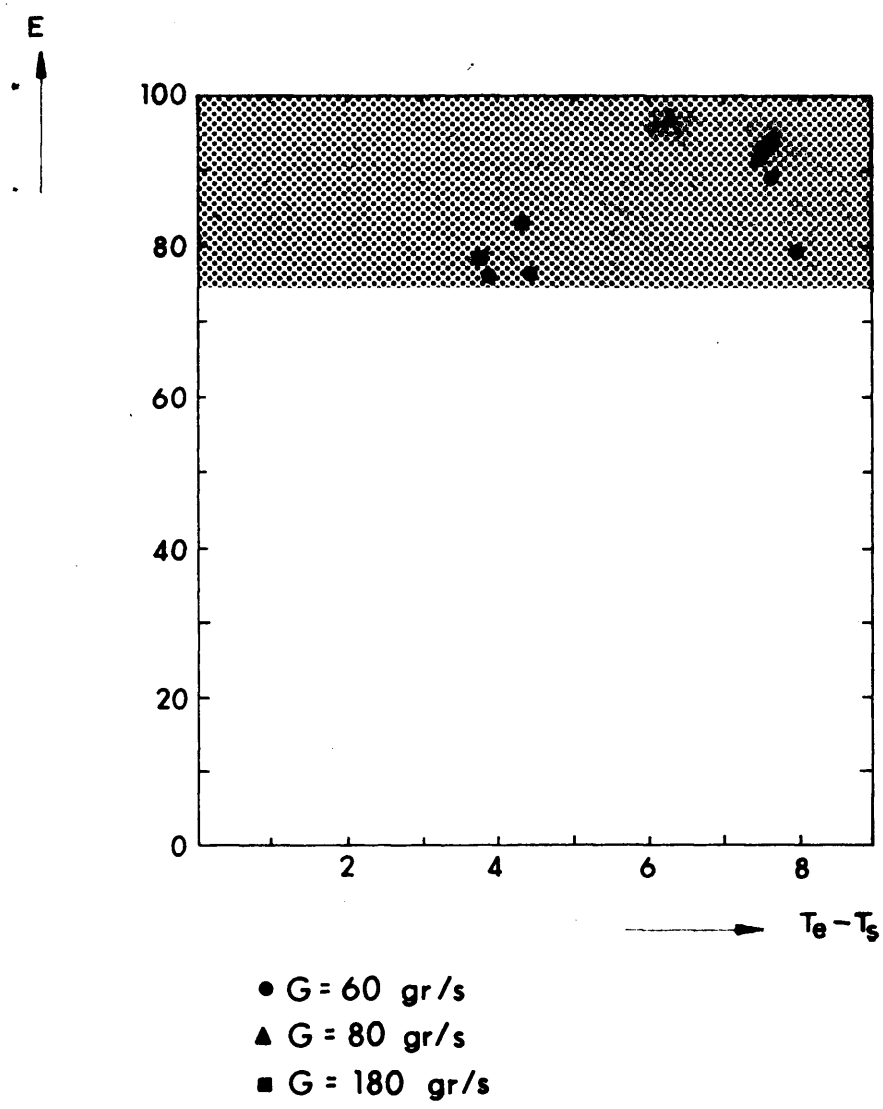
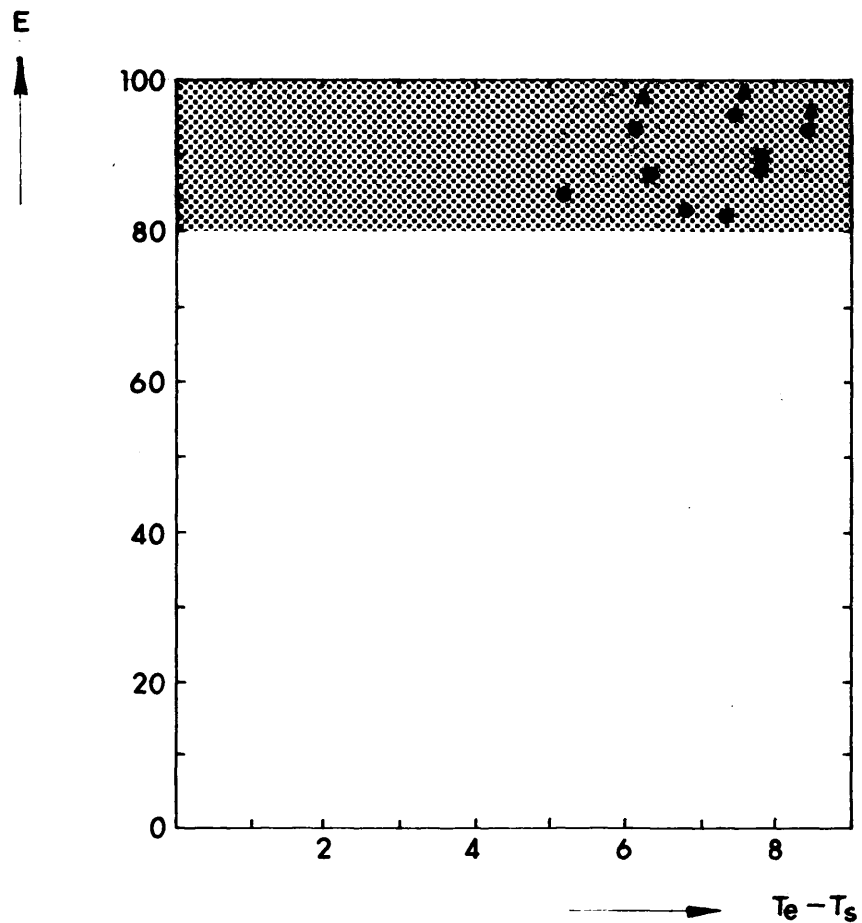


FIG. 3-8.-  $E = f(\Delta T)$  PARA DISTINTOS CAUDALES DE PULPA AL 25%



$G = 100 \text{ gr/s}$

- Concentración 30 %
- ▲ Concentración 35 %

FIG. 3-9. -  $E=f(\Delta T)$  PARA PULPAS AL 30 Y 35 %

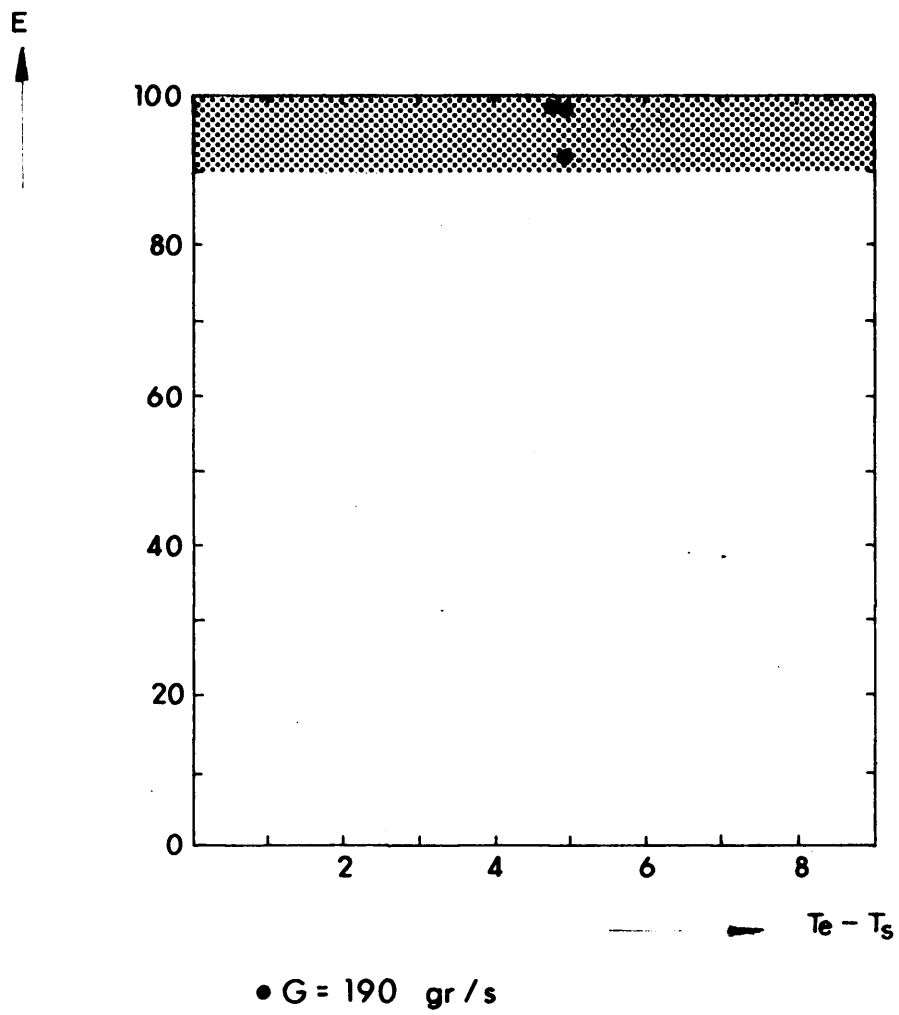


FIG. 3-10. -  $E = f(\Delta T)$  PARA PULPA AL 45 %



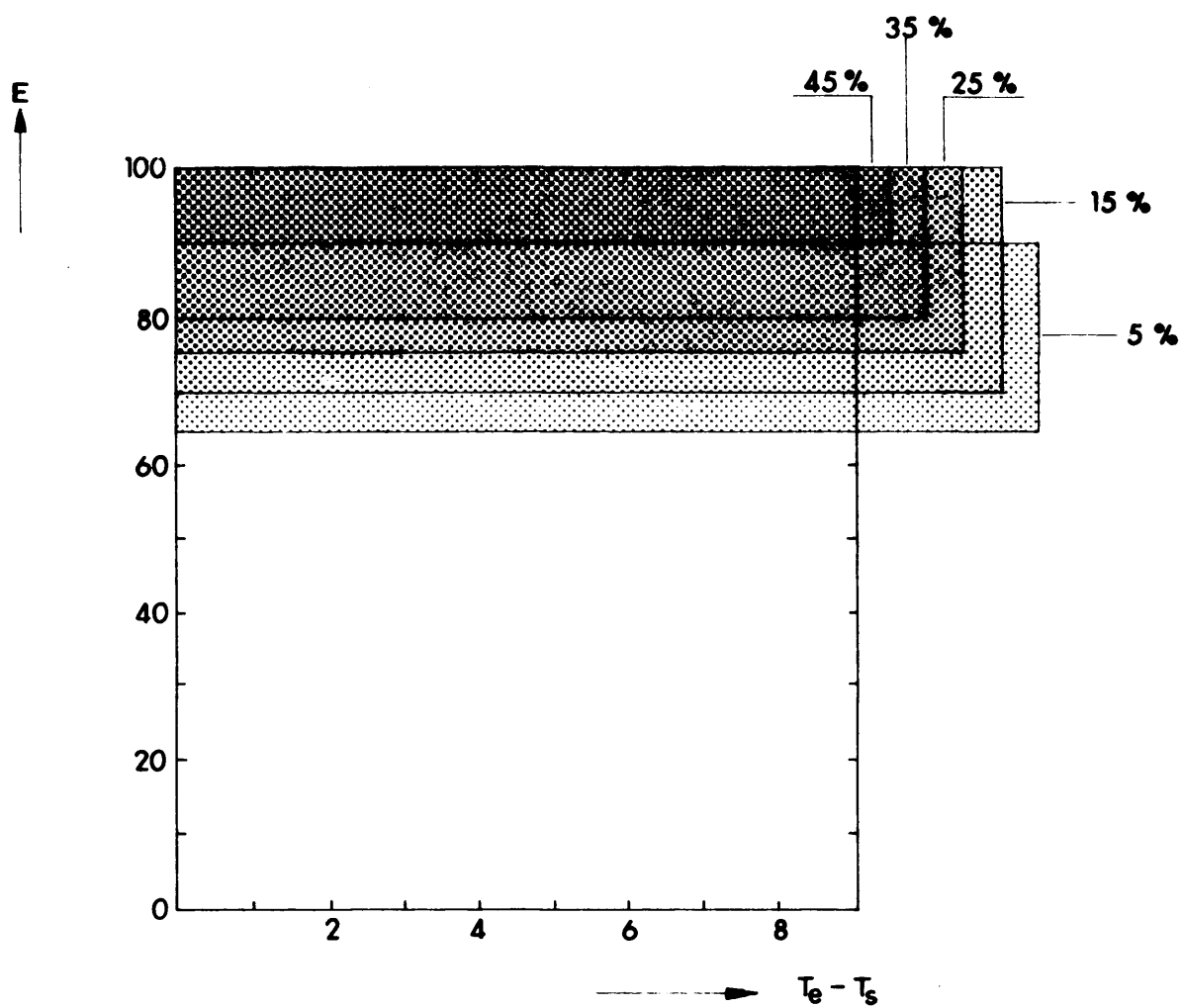


FIG. 3-11.-  $E=f(\Delta T)$  PARA DISTINTAS CONCENTRACIONES DE PULPA

varianza, siguiendo el método de Yates, para comprobar cual de las variables de una respuesta significativa con una certeza superior, como mínimo, al 90%.

Cuando la eficacia se ha supuesto función de tres variables sólo se han considerado como significativas las interacciones de primer orden, englobando las de segundo y tercero para obtener una estimación de la varianza del error. De igual manera, si la eficacia es función de cuatro variables, se han tomado como significativas las interacciones de primero y segundo orden, uniendo las restantes para el mismo fin que en el caso anterior.

En cada uno de los cinco estudios realizados aparecen cuatro tablas, A, B, C y D. En las primeras de ellas, tablas A, se presentan los niveles utilizados con cada variable. En las segundas, tablas B, los tratamientos posibles así como los valores experimentales de la eficacia. En las terceras, tablas C, se hace un análisis de los datos de la tabla B. Por último en las tablas D se estudia la varianza, siguiendo siempre el método de Yates, para conocer la significación de la variable.

1<sup>er</sup> caso. Experiencias agua-agua.

$$F = f(T_e, F_e, \Delta T)$$

TABLA 3-2-6. A. VALORES EXPERIMENTALES

VARIABLE	NIVEL 1	NIVEL 2
$T_e$	50	70
$T_e - T_s$	3	8
$F_e$	50	110

TABLA 3-2-6. B. TRATAMIENTOS Y VALOR DE LA EFICACIA

		$F_{e1}$ 1	$F_{e2}$ c
$T_1$ 1	$T_1$ 1	82 1	87 c
	$T_2$ b	80 b	100 b c
$T_2$ a	$T_1$ 1	99 a	90 a c
	$T_2$ b	92 a b	92 a b c

TABLA 3.2.6. C. ANALISIS DE LOS DATOS DE LA TABLA B.

	COMBINACION DE TRATAMIENTO	Res. -80	n = 3			EFECTOS	SUMA DE CUADRADOS
			1	2	3		
CALCULO	l	2	21	33	82	20.5	840.5
	a	19	12	49	24	6.0	72
	b	0	17	20	6	1.5	4.5
	a b	12	32	-5	-16	-4.0	32
	c	7	17	-9	16	4.0	32
	a c	10	12	15	-34	-8.5	144.5
	b c	20	3	-5	24	6.0	72
	a b c	12	-8	-11	-6	-1.5	4.5
COMPROBACION	w	2	38	62	88		
	x	31	44	44	8		
	y	27	20	-14	40		
	z	22	4	4	-40		
	x + w	33	82	106	96		
	z + y	49	24	-10	0		
	x - w	29	6	-18			
	z - y	-5	-16	18			
	x + y + w + z	82	106	96			
	(x-w) + (z-y)	24	-10	0			

w = Primera mitad impares

x = Primera mitad pares

y = Segunda mitad impares

z = Segunda mitad pares

TABLA 3.2.6. D. ANALISIS DE LA VARIANZA

CAUSA DE LA VARIACION		g.d.l.	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADO MEDIO	RESPUESTA	SIGNIF.
T, entrada	A	1	72	72	1.13	NO
T, súbita	B	1	4.5	4.5	0.07	NO
F <sub>e</sub> , caudal	C	1	32	32	0,5	NO
total		3	108.5	36.2		
AB		1	32	32		
AC		1	144.5	144.5		
BC		1	72	72		
total		3	248.5	82.3		
ABC		1	4.5	4.5		
residual		4	253	63,2		

No resulta significativa ninguna variable

2º caso. Experiencias agua - aire

$$V = f(T_e, F_e, F_A, T)$$

TABLA 3.2.7. A. VALORES EXPERIMENTALES

VARIABLE	NIVEL 1	NIVEL 2
T <sub>e</sub>	40	70
T <sub>e</sub> - T <sub>s</sub>	3 - 4	8 - 9
F <sub>e</sub>	50	110
F <sub>A</sub>	0	740

TABLA 3.2.7. B. TRATAMIENTOS Y VALOR DE LA EFICACIA

		F <sub>e1</sub> l		F <sub>e2</sub> d	
		F <sub>A1</sub> l	F <sub>A2</sub> c	F <sub>A1</sub> l	F <sub>A2</sub> c
T <sub>1</sub> l	T <sub>1</sub> l	100 l	50 c	97 d	92 cd
	T <sub>2</sub> b	93 b	86 bc	95 bd	97 bcd
T <sub>2</sub> a	T <sub>1</sub> l	86 a	73 ac	90 ad	78 acd
	T <sub>2</sub> b	92 ab	100 abc	92 abd	89 abcd

TABLA 3.2.7. C. ANALISIS DE LOS DATOS DE LA TABLA B.

	COMBINACION DE TRATAMIENTO	Res. -80	n = 4				EFECTOS	SUMA DE CUADRADOS
			1	2	3	4		
C A L C U L O	l	20	26	51	46	13 6	17.0	115.6
	a	6	25	-5	90	-16	-2.0	16
	b	13	-31	54	16	72	0.0	324
	ab	12	26	36	-32	20	2.5	25
	c	-24	27	-15	56	-74	-9.2	5.3
	ac	- 7	27	31	16	34	4.2	72.2
	bc	6	10	-10	10	74	9.2	5.3
	abc	20	26	-22	10	-14	-1.7	12.2
	d	17	-14	- 1	-56	44	5.5	121
	ad	10	-1	57	-18	-48	-6.0	144
	bd	15	17	0	46	-40	-5.0	100
	abd	12	14	16	-12	0	0	0
	cd	12	-7	13	58	38	4.7	90.2
	acd	-2	-3	-3	16	-58	-7.2	210.2
	bcd	17	-14	4	-16	-42	-5.2	110.2
	abcd	9	-8	6	2	18	2.2	20.2
	Total	136	120	212	232	144		
C O M P O S I C I O N	w	15	32	80	128	208		
	x	31	104	40	84	24		
	y	61	-18	16	32	0		
	z	29	2	76	-12	-88		
	x + w	46	136	120	212	232		
	z + y	90	-16	92	20	-88		
	x - w	16	72	-40	-44			
	z - y	-32	20	60	-44			
	(x+w) + (z+y)	136	120	212	232			
	(x-w) + (z-y)	-16	92	20	-88			

w = Primera mitad impares.  
x = id. pares.

y = Segunda mitad impares  
z = id. pares

TABLA 3.2.7. A. ANALISIS DE LA VARIANZA

CAUSA DE LA VARIACION		g.d.l.	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADO MEDIO	RESPUESTA	SIGNIF.
T, entrada A	A	1	16	16	0,22	NO
T, súbita B	B	1	324	324	4,59	SI
F <sub>A</sub> , aire C	C	1	5,3	5,3	0,07	NO
F <sub>e</sub> , agua D	D	1	121	121	1,71	NO
Total		4	466,3	116,6		
Interacciones AB	AB	1	25	25	0,35	NO
AC	AC	1	72,2	72,2	1,02	NO
AD	AD	1	144	144	2,04	NO
BC	BC	1	5,3	5,3	0,07	NO
BD	BD	1	100	100	1,41	NO
CD	CD	1	90,2	90,2	1,27	NO
Total		6	436,7	72,8		
ABC	ABC	1	12,2			
ABD	ABD	1	0			
ACD	ACD	1	210,2			
BCD	BCD	1	110,2			
Total		4				
ABCD	ABCD	1	20,2			
Total		15	352,8	20,56		

Sólo es significativa la diferencia de temperatura en la vaporización súbita.

3er caso. Pulpa a distinta concentraciones

$$E = f(T_e, F_e, C)$$



TABLA 3.2.8. A. VALORES EXPERIMENTALES

VARIABLE	NIVEL 1	NIVEL 2
$F_e$	50	110
$T_e$	50	70
C	5	30

TABLA 3.2.8. B. TRATAMIENTOS Y VALOR DE LA EFICACIA

		$F_{e1}$	$F_{e2}$ C
$T_1$	$C_1$	70	77
	1	1	c
1	$C_2$	84	82
	b	b	bc
$T_2$	$C_1$	75	80
	1	a	ac
a	$C_2$	80	86
	b	ab	abc

TABLA 3.2.8. C. ANALISIS DE LOS DATOS DE LA TABLA B.

	COMBINACION DE TRATAMIENTO	Res. -70	n = 3			EFECTOS	SUMA DE CUADRADOS
			1	2	3		
CALCULOS	1	0	5	38	83	20.7	861
	a	5	33	45	17	4.2	36
	b	14	17	10	39	9.7	190
	ab	19	28	7	1	0.2	0.1
	c	7	5	28	7	1.7	6.1
	ac	10	5	11	-3	-0.7	1.1
	bc	12	3	0	-17	-4.2	36
	abc	16	4	1	1	0.2	0.1
CORRELACION	w	14	22	48	122		
	x	24	61	52	18		
	y	19	8	28	-10		
	z	26	9	12	-2		
	x + w	38	83	100	140		
	z + v	45	17	40	-12		
	x - w	10	39	4			
	z - v	7	1	-16			
	x+y+w+z	83	100	140			
	(x-w)+(z-y)	17	40	-12			

w Primera mitad impares

x Primera mitad pares

y Segunda mitad impares

z Segunda mitad pares

TABLA 3.2.8. D ANALISIS DE LA VARIANZA

CAUSA DE LA VARIACION		g.d.l.	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADO MEDIO	RESPUESTA	SIGNIF.
T, entrada	A	1	36	36	3.86	NO
C, concentracion	B	1	190	190	20.4	SI
G, caudal	C	1	6.1	6.1	0.65	NO
Total		3	323	77.4		
AB		1	0.1	0.1		
AC		1	1.1	1.1		
BC		1	36	36		
Total		3	37.2	12.4		
ABC		1	0.1	0.1		
Residual		4	37.3	9.3		

la concentración C, es significativa con una certeza muy próxima al 99 , y en el sentido de que la eficacia aumenta cuando lo hace la concentración.

4º caso. Experiencias de pulpa con aire

$$f(T_e, F_e, F_A, T).$$

TABLA 3.2.9. A. VALORES EXPERIMENTALES

VARIABLE	NIVEL 1	NIVEL 2
$T_e$	40	70
$T_e - T_s$	3	7
$F_A$	0	400
$F_e$	50	110

TABLA 3.2.9. B. TRATAMIENTOS Y VALOR DE LA EFICACIA

		$F_{e1}$ 1		$F_{e2}$ d	
		$F_{A1}$ 1	$F_{A2}$ c	$F_{A1}$ 1	$F_{A2}$ c
$T_1$	$T_1$	85	67	87	60
	1	1	c	d	cd
1	$T_2$	90	63	86	70
	b	b	bc	bd	bcd
$T_2$	$T_1$	58	55	67	63
	1	a	ac	ad	acd
a	$T_2$	72	72	81	73
	b	ab	abc	abd	abcd

TABLA 3.2.9. C. ANALISIS DE LOS DATOS DE LA TABLA B.

	COMBINACION DE TRATAMIENTO	Res. -70	n = 4				EFECTOS	SUMA DE CUADRADOS
			1	2	3	4		
C A L C U L O	1	15	3	25	2	38	4.7	90.2
	a	-12	22	-23	36	-76	-9.5	361
	b	20	-18	41	-48	56	7	196
	ab	2	-5	-5	-28	54	6.7	182.2
	c	-3	14	-45	32	-94	-11.7	552.2
	ac	-15	27	-3	24	64	8	256
	bc	-7	-8	-25	30	-8	-1	4
	abc	2	3	-3	24	6	0.7	2.2
	d	17	-27	19	-48	34	4.2	72.2
	ad	-3	-18	13	-46	20	2.5	25
	bd	16	-12	13	42	-8	-1	4
	abd	11	9	11	22	-6	-0.7	2.2
	cd	1	20	9	-6	2	0.2	0.2
	acd	-	5	21	-2	20	-2.5	25
	bcd	0	-6	15	12	4	0.5	1
	abcd	3	3	0	-6	-18	-2.2	20.2
	Total	38	38	72	40			
C O N F O R M A C I O N	w	25	-9	-4	16	-8		
	x	-23	47	-34	56	48		
	y	32	-65	56	0	32		
	z	4	-11	54	-32	-24		
	x + w	2	38	-38	72	40		
	z + y	36	-76	110	-32	8		
	x - w	-48	56	-30	40			
	z - y	-28	54	-2	-32			
	(x+w)+(z+y)	38	-38	72	40			
	(x-w)+(z-y)	76	110	-32	8			

TABLA 3.2.9. D. ANALISIS DE LA VARIANZA

CAUSA DE LA VARIACION		g.d.l.	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADO MEDIO	RESPUESTA	SIGNIF.
T, entrada	A	1	361	361	34.6	SI
T, súbita	B	1	196	196	18,7	SI
g, aire	C	1	552.2	552.2	52.9	SI
C, pulpa	D	1	72.2	72.2	6.92	SI
Total		4	1.181.4	295.3		
Interacciones	AB	1	182.2		17.4	SI
	AC	1	256		24.5	SI
	AD	1	25		2.4	NO
	BC	1	4		0.4	NO
	BD	1	4		0.4	NO
	CD	1	0.2		0.02	NO
Total		6	471.4	78.55		
	ABC	1	2.2			
	ABD	1	2.2			
	ACD	1	2.5			
	BCD	1	1.0			
	Total	4	30.4			
ABCD		1	20.2			
Residual		15	52.2	10.44		

Resultan significativas todas las interacciones de primer orden e incluso dos de segundo, ello es, posiblemente, debido a que el error experimental es del mismo orden que la influencia de la variable, por ello se repite el cálculo en la tabla 3.2.10, tomando como residual las interacciones de segundo, tercero y cuarto orden.

TABLA 3.2.10. ANALISIS DE LA VARIANZA

CAUSA DE LA VARIACION		g.d.l.	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADO MEDIO	RESPUESTA	SIGNIF.
T, entrada	A	1	361	361	7.6	SI
T, súbita	B	1	196	196	4.13	SI
g, aire	C	1	552.2	522.2	11.6	SI
G, pulpa	D	1	72.2	72.2	1.52	NO
Total		4	1.181.4	295.3		
Interacciones AB		1	182.2			
AC		1	256			
AD		1	25			
BC		1	4			
BD		1	4			
CD		1	0.2			
Total		6	471.4			
ABC		1	2.2			
ABD		1	2.2			
ACD		1	25			
BCD		1	1.0			
Total		4	30.4			
ABCD		1	20.2			
Pesidual		15	52.2	47.45		

La temperatura de entrada de la alimentación así como la diferencia de temperatura entre el flujo caliente y frío son significativas, aumentando la eficacia al aumentar ellas. Sin embargo, el caudal de aire, con una certeza del 95% es también significativo pero en sentido contrario, es decir, al aumentar éste disminuye la eficacia.

5º caso. Relación experiencias con agua y con pulpa

$$E = f(T_e, F_e, C, T)$$

TABLA 3.2.11. A. VALORES EXPERIMENTALES

VARIABLE	NIVEL 1	NIVEL 2
$T_e$	40	70
$T_e - T_s$	3	7
C	0	5
$F_e$	50	110

TABLA 3.2.11. B. TRATAMIENTOS Y VALOR DE LA EFICACIA

		$F_{e1}$ 1		$F_{e2}$ J	
		$C_1$ 1	$C_2$ c	$C_1$ 1	$C_2$ c
$T_2$	$T_1$	52	85	97	87
	1	1	c	d	cd
b	$T_2$	93	90	92	86
	b	b	bc	bd	bcd
$T_2$	$T_1$	99	58	89	67
	1	a	ac	ad	acd
a	$T_2$	91	72	92	81
	b	ab	abc	abd	abcd



TABLA 3.2.11. C. ANALISIS DE LOS DATOS DE LA TABLA B

	COMBINACION DE TRATAMIENTO	Res. -80	n = 4				EFECTOS	SUMA DE CUADRADOS
			1	2	3	4		
CALCULOS	1	-27	-8	16	1	52	6.5	169
	a	19	24	-15	51	-34	-4.2	72.2
	b	13	-17	50	-1	62	7.7	240.2
	ab	11	2	1	-33	-16	-2	16
	c	5	26	44	51	-80	-10	400
	ac	-22	24	-45	11	-106	-13.2	702
	bc	10	-6	-8	-39	2	0.2	0.2
	abc	-8	7	-25	23	64	8	256
	d	17	46	32	-31	50	6.2	156
	ad	9	-2	19	-49	-32	-4	64
	bd	12	-27	-2	-89	-40	-5	100
	abd	12	-18	13	-17	62	7.7	240
	cd	-	8	-48	13	18	2.2	20.2
	acd	-13	0	9	15	72	9	324
	bcd	6	-20	8	57	28	3.5	49
	abcd	1	5	15	7	-50	6.2	156
	Total	52	18	64	-56	16		
COMBINACION	w	1	-5	102	12	36		
	x	0	57	-84	52	-92		
	y	42	-9	-10	-76	20		
	z	9	-25	56	-44	52		
	x + w	1	52	18	64	-56		
	z + y	51	-34	46	-120	72		
	x - w	-1	62	-186	40			
	z - y	-33	-16	66	32			
	(x+w)+(z+y)	52	18	64	-56			
	(x - w)+(z - y)	-34	46	-120	72			

TABLA 3.2.11. D. ANALISIS DE LA VARIANZA

CAUSA DE LA VARIACION		g.d.l.	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADO MEDIO	RESPUESTA	SIGNIF.
T, entrada	A	1	72.2	72.2	0.35	NO
T, súbita	B	1	240.2	240.2	1.2	NO
C, concentrac	C	1	400	400	1.9	NO
F <sub>e</sub> , caudal	D	1	156	156	0.76	NO
Total		4	868.4	217.1		
Interac.	AB	1	16	16	0.07	NO
	AC	1	702	702	3.4	NO
	AD	1	64	64	0.3	NO
	BC	1	0.2	0.2	0.00	NO
	BD	1	100	100	0.48	NO
	CD	1	20.2	20.2	0.09	NO
Total		6	902.4	150.4		
	ABC	1	256			
	ABD	1	240			
	ACE	1	324			
	BCD	1	40			
Total		4				
	ABCD	1	156			
TOTAL, Residual		15	1.025	205		

No aparece significativa ninguna variable, aunque la concentración de la pulpa es la que aparece con un valor mayor.

### 3.3. METODO OPERATORIO EN MULTIPLES ETAPAS

Para la puesta en operación correcta de la instalación de múltiples etapas, fué preciso realizar una serie de comprobaciones y modificaciones.

Así cambiando la altura del tubo vertical de entrada a cada etapa (2.2.2.) se consiguió que todas entrasen en vaporización súbita. Despues se comprobó que la diferencia de temperatura entre cada etapa era la calculada en el diseño de la columna. Esta comprobación se realizó midiendo presiones y temperaturas en cada etapa, coincidiendo estas medidas con las teóricas, dentro de unos límites obligados que dependian de la temperatura de alimentación caliente y de las distancias fijas de las entradas de vapor en la columna de calentamiento o barométrica.

Efectuadas estas correcciones y dado que en algunas etapas los arrastres acarreados por el vapor así como las salpicaduras debidas a la vaporización eran muy grandes, se diseñaron, construyeron y montaron los separadores de vapor descritos en 2.2.4.

Para evitar pérdidas de vapor en la última etapa, al ser arrastrado por el vacío, se ensanchó la cabeza de la columna barométrica.

Con el fin de evitar en lo posible corrientes de convección en la columna de calentamiento, corrientes que falseaban los datos, se rellenó esta de guijarros.

Se duplicaron los tanques de descarga con el fin de tener un tiempo de operación indefinido, o lo que es igual, trabajar en continuo. Para ello cuando una pareja de tanques se llenaba, se pasaban las alimentaciones, caliente enfriada y fría calentada, a otra, y mientras estos nuevos se iban llenando, los anteriores se descargaban.

Resueltas todas las dificultades indicadas se procedió a la experimentación propiamente dicha.

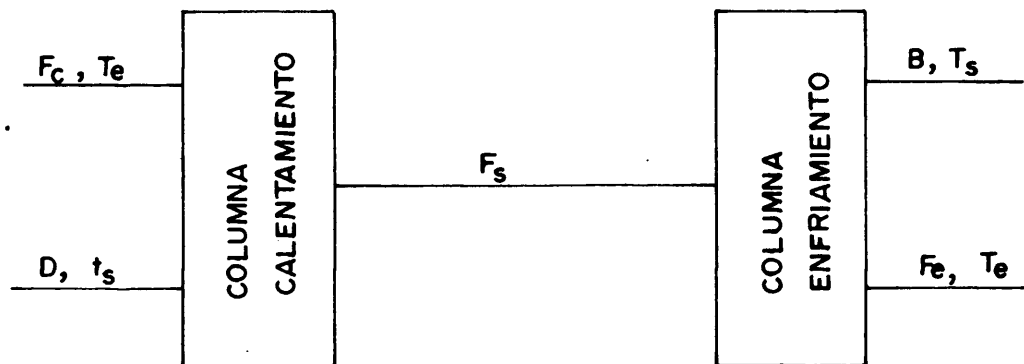
En 2.2.5. ya se describió la puesta en marcha de la instalación.

Se trabajó sólo con agua, y en primer lugar se determinó el intervalo óptimo, respecto de caudales, de funcionamiento de la instalación.

### 3.3.1. Eficacia de la operación

La eficacia se ha definido como el cociente entre el calor cedido en la columna de enfriamiento y el calor tomado en la columna de calentamiento.

Por medio de un balance energético se obtiene:



(3-7)

$$E = 100 \times \frac{\text{calor tomado}}{\text{calor cedido}} = 100 \times \frac{D \cdot c \cdot t_s - F_c \cdot c \cdot t_e}{F_e \cdot c \cdot T_e - B \cdot c \cdot T_e}$$

Siendo:

D = caudal de agua fría calentada que sale de la columna (gr/seg.)

B = caudal de agua caliente enfriada que sale de la columna (gr/seg)

experimentalmente se conoce:  $F_e$ ,  $F_c$ ,  $T_e$ ,  $T_s$ ,  $t_e$  y  $t_s$ . Por medio de un balance energético a la columna de enfriamiento, el término B,

$$F_e \cdot c \cdot T_e = B \cdot c \cdot T_s + (F_e - B) \cdot h_T \quad (3-8)$$

donde  $h_T$  es el calor latente medio del vapor formado, definido como:

$$h_T = \frac{h_{Te} + h_{Ts}}{2} \quad (3-9)$$

De esta manera se deduce la cantidad de vapor formado,  $F_s$ , en función de la alimentación que entra y sale de la columna.

$$F_s = F_e - B = \frac{F_e \cdot c \cdot (T_e - T_s)}{h_T - c \cdot T_s} \quad (3-10)$$

por tanto el valor del caudal B que sale de dicha columna es:

$$B = F_e - \frac{F_e \cdot c \cdot (T_e - T_s)}{h_T - c \cdot T_s} \quad (3-11)$$

El caudal que abandona la columna de calentamiento es:

$$D = F_c + F_s \quad (3-12)$$

Sustituyendo  $F_s$  por su valor, obtenido en (3-10) se llega a:

$$B = F_e + \frac{F_e \cdot c \cdot (T_e - T_s)}{h_T - c \cdot T_s} \quad (3-13)$$

Sustituidas las ecuaciones (3-11) y (3-13) en la (3-7) se llega al valor de la eficacia:

$$T = 100 \times \frac{\left[ F_c + \frac{F_e \cdot c \cdot (T_e - T_s)}{\bar{H}_T - c \cdot T_s} \right] \cdot c \cdot t_s - F_c \cdot c \cdot t_e}{F_e \cdot c \cdot T_e - F_e - \left[ \frac{F_e \cdot c \cdot (T_e - T_s)}{\bar{H}_T - c \cdot T_s} \right] \cdot c \cdot T_s}$$

expresión que después de ordenarla y agrupar términos resulta:

$$T = 100 \times \frac{F_c \cdot c \cdot t (\bar{H}_T - c \cdot T_s) + F_e \cdot \Delta T \cdot t_s}{F_e \cdot \bar{H}_T \cdot T} \quad (3-15)$$

siendo  $T_e - T_s = T$  y  $t_s - t_e = \Delta t$

Dado que  $c = 1$  cal/gr °C y que el valor del vapor producido supone un 4 ó 5 % del valor de la alimentación de entrada, la ecuación (3-15) se puede simplificar, tomando entonces la forma:

$$T = 100 \times \frac{F_c \cdot \Delta t}{F_e \cdot \Delta T} \quad (3-16)$$

### 3.3.2. Niveles de trabajo y datos experimentales

Las primeras experiencias fueron destinadas a conocer cual había de ser el intervalo óptimo de caudales a utilizar. Para ello se empleó un flujo caliente máximo de 250 gr/s, valor que se fué disminuyendo a lo largo de 35 experiencias hasta uno final de 30 gr/s. La alimentación fría osciló entre 200 y 20 gr/s.

De estos ensayos se dedujo que con caudales de alimentación caliente superiores a 80 gr/s, la columna de etapas no tenía suficiente capacidad, obteniéndose unas velocidades de vapor altas, y como consecuencia de ello, gran cantidad de arrastres de fase líquida por éste, así como en algunos casos, inundaciones en determinadas etapas.

Conocido ésto se utilizaron para el flujo caliente los siguientes caudales:

80, 60, 50, 40, 35 y 30 gr/s, y para el frío 80, 70, 45, 35 y 20 gr/s.

Las temperaturas de entrada estuvieron siempre comprendidas entre 60 y 75°C. para la alimentación a enfriar y fué de 10°C. para la que se había de calentar.

Se trabajó en continuo utilizando para ello el doble juego de tanques de almacenamiento (fig. 2-6) y cada experiencia en sí duró aproximadamente 60 minutos, durante los cuales se modificaban en pequeña proporción alguna de las condiciones de operación, para comprobar si el proceso evolucionaba hasta unas nuevas condiciones de régimen.

Los valores experimentales obtenidos aparecen en las tablas 3-82 a 3-88.

#### 4. EQUILIBRIO LIQUIDO - VAPOR EN MEZCLAS DE ACIDOS

##### 4.1. INTRODUCCION

En las pulpas minerales para su beneficio por medio de ataque químico se utilizan ácidos, generalmente sulfúrico por su precio, y en casos muy limitados clorhídrico o nítrico.

Durante la vaporización súbita algunos de estos ácidos, clorhídrico y nítrico, destilan, pasando a la fase vapor. El sulfúrico también podría hacerlo pero por un mecanismo distinto, por arrastre de gotas de fase líquida por el vapor.

Por este motivo se ha considerado oportuno hacer un estudio de como evolucionan las concentraciones de los ácidos volátiles durante la operación de vaporización súbita.

Si la destilación del ácido fuese lo suficientemente grande habría que pensar en su recuperación, por el contrario, si la cantidad destilada fuese pequeña, habría de ser considerada desde el punto de vista de corrosión en el momento de elegir los materiales de construcción del cambiador.

##### 4.2. EQUIPO EXPERIMENTAL Y TECNICA DE TRABAJO

###### 4.2.1. Aparato de Othmer

Despues de realizar un estudio bibliográfico a cerca de los distintos aparatos y dispositivos existentes para la toma de datos de equilibrio en mezclas de varias sustancias, se optó por utilizar el aparato de Othmer en su versión original, dado que con-



duce a buenos resultados, siendo su manejo relativamente fácil.

El aparato (fig. 4-1) construido en vidrio, consiste en un matraz de cuello alto, de unos 1000 cc. de capacidad.

Los vapores producidos durante la destilación salen por un tubo concéntrico con el cuello del matraz, de esta manera el aislante térmico de dichos vapores son de la misma composición y temperatura que ellos mismos, evitándose así condensaciones parciales. Pasan después a un refrigerante donde son condensados, para de ahí caer a una pequeña ampolla, comunicada con el cuerpo del matraz o calderín.

Mediante este procedimiento se consigue una recirculación continua del producto destilado y no destilado.

La toma de muestras se hace por medio de sendos grifos situados uno en el calderín y otro en la ampolla que recoge el producto destilado y condensado.

En esta ampolla está situada la toma de vacío para el aparato, el cual está totalmente calorifugado.

Cuando hubo que tomar muestras a presión inferior a la atmosférica, se le montaron unos dispositivos que permitían hacer la toma sin variar la presión interior, de esta manera se evitaba que variasen las composiciones del líquido y vapor en ese momento.

Los termómetros para control de temperatura estaban situados uno en el seno del líquido del calderín y otro en la corriente de salida del vapor producido.

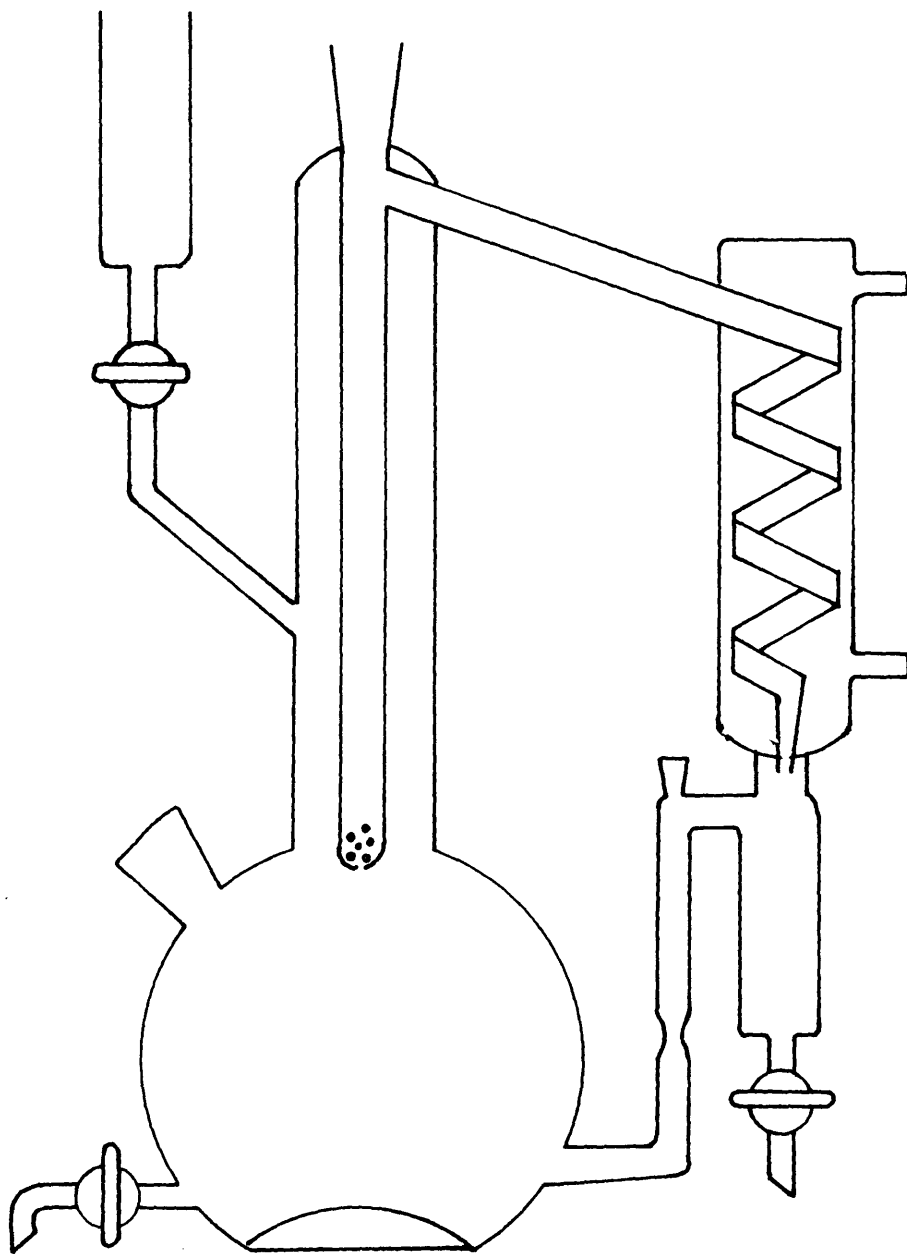


FIG. 4-1.- APARATO DE OTHMER

#### 4.2.2. Instalación experimental

La instalación montada (fig. 4-2) contaba con el aparato de Ohmer, calentado exteriormente con una resistencia eléctrica, calefacción que se regulaba por medio de un variac.

Estaba conectado a vacío tanto el aparato como los dispositivos de toma de muestra.

La red de vacío, antes de llegar a la bomba, pasaba por dos frascos lavadores, cuya finalidad era recoger los posibles vapores nítricos o clorhídricos que eventualmente salieran, un presostato para mantener constante la presión de trabajo y un manómetro diferencial de mercurio.

#### 4.2.3. Técnica de trabajo

Cargada la instalación con unos 500 cc. de producto, se calentaba, manteniendo ya la presión fijada para la experiencia.

Unos 45 minutos después de que ambos termómetros marcaran la misma temperatura (en realidad solía haber una diferencia de un grado entre ellos) se consideraba que se había alcanzado el equilibrio, y se procedía a tomar una muestra del líquido del calderín y otra del destilado.

Hecho esto se dejaba escapar algo del ácido volátil para bajar su concentración, al tiempo que se agregaba una disolución empobrecida en el ácido no volátil con el fin de mantener constante su concentración.

Después se repetía las operaciones para tomar una nueva pareja de muestras

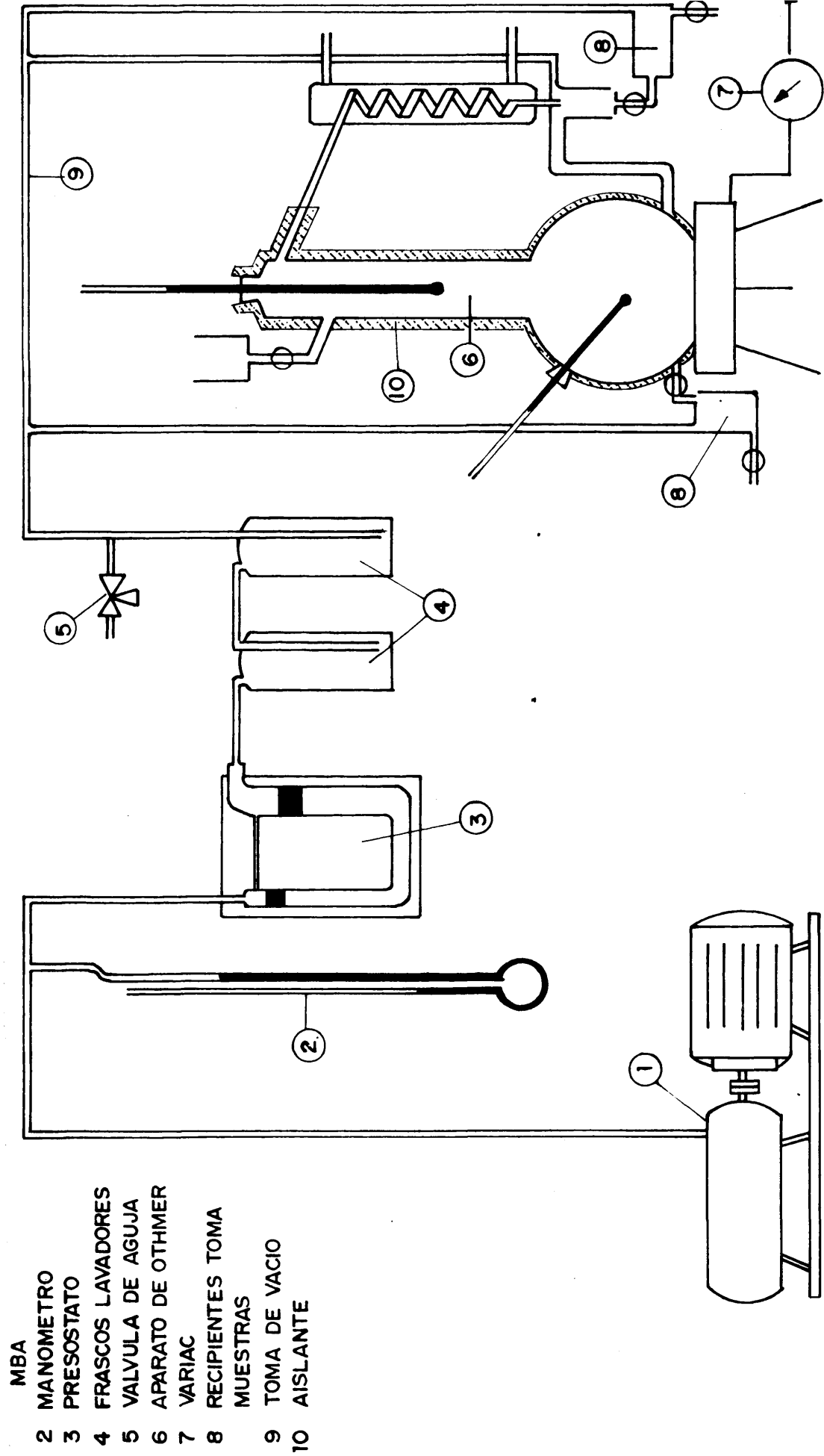


FIG. 4-2.- ESQUEMA DE LA INSTALACION PARA DATOS DE EQUILIBRIO

### 4.3. EQUILIBRIO EN MEZCLAS DE ACIDOS

#### 4.3.1. Mezclas $\text{ClH} - \text{H}_2\text{O}$ y $\text{ClH} - \text{SO}_4\text{H}_2 - \text{H}_2\text{O}$

Interesaba conocer en qué forma variaba la función de equilibrio líquido-vapor en soluciones  $\text{ClH} - \text{H}_2\text{O}$  y  $\text{ClH} - \text{SO}_4\text{H}_2 - \text{H}_2\text{O}$  cuando se modificaba la presión de trabajo y la concentración de  $\text{SO}_4\text{H}_2$ .

En la bibliografía se encontró la función de equilibrio  $x - y$  (fig. 4-3) para soluciones clorhídricas, así como la variación del azeotropo con la presión (fig. 4-4 y 4-5) para estas mismas soluciones.

Se comenzó la experimentación tratando de reproducir la primera función mencionada, obteniéndose unos valores totalmente acordes con los bibliográficos. Conseguido esto se realizaron las experiencias programadas.

#### 4.3.2. Niveles de trabajo

Se trabajó con dos presiones distintas: 710 (atmosférica) y 100 mm Hg. Con ellas se utilizaron tres soluciones. Una de ellas contenía sólo clorhídrico, las otras dos, junto a este tenían también ácido sulfúrico en un 9 y 17 %, manteniéndose estos valores constantes a lo largo de la experimentación.

De esta manera los diagramas obtenidos fueron:

/ . . .

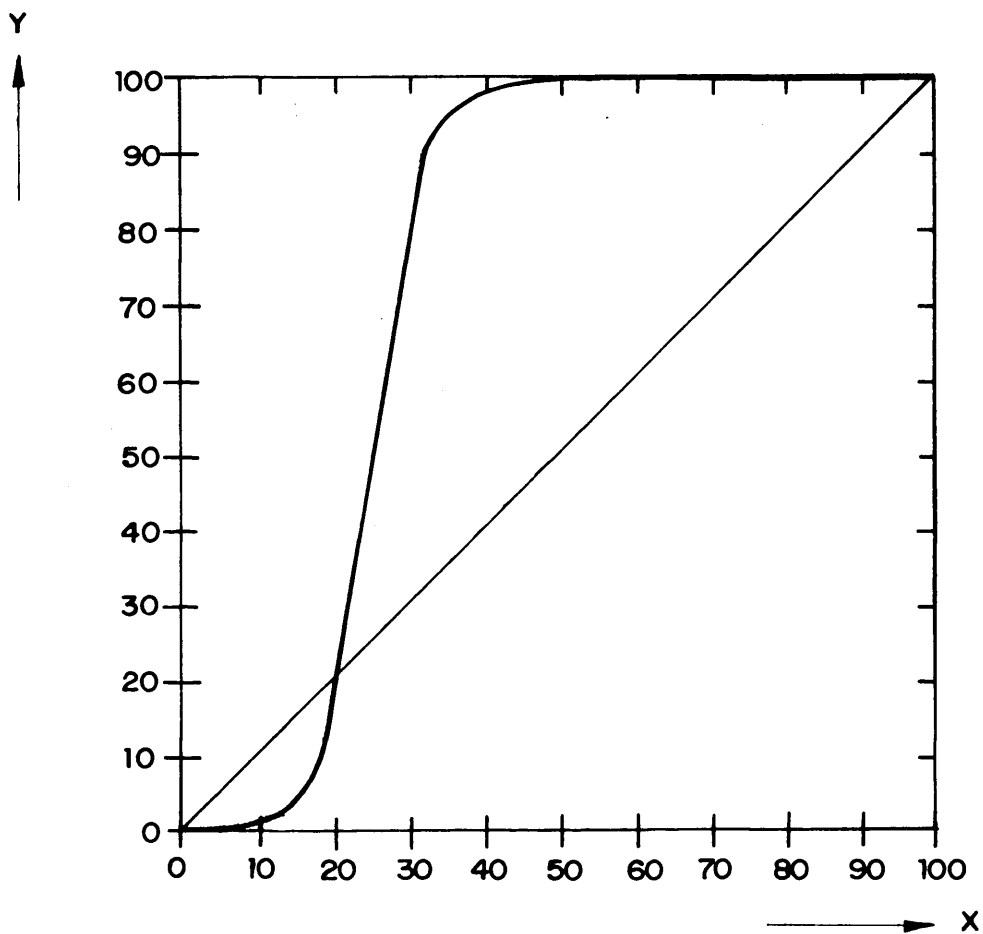


FIG. 4-3.- FUNCION DE EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR  
PARA EL SISTEMA CLH-H<sub>2</sub>O A 750 mm Hg.

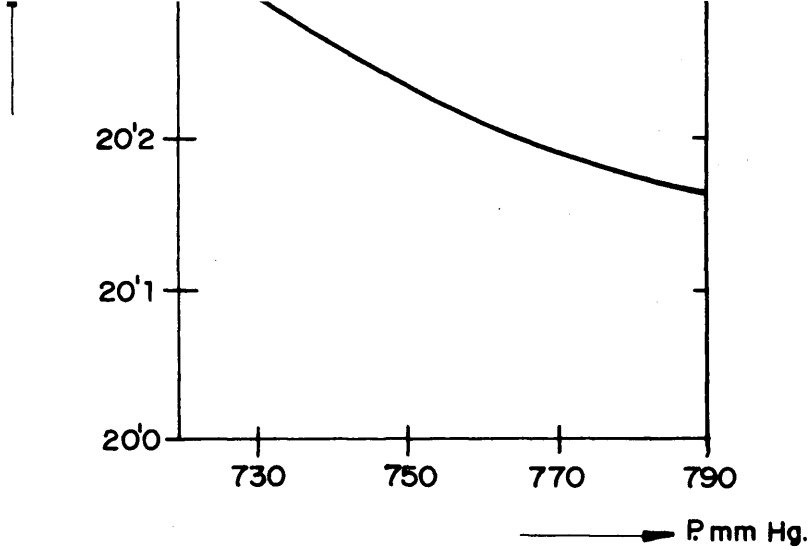


FIG. 4-4.- VARIACION DE AZEOTROPO  
CLH-H<sub>2</sub>O CON LA PRESION

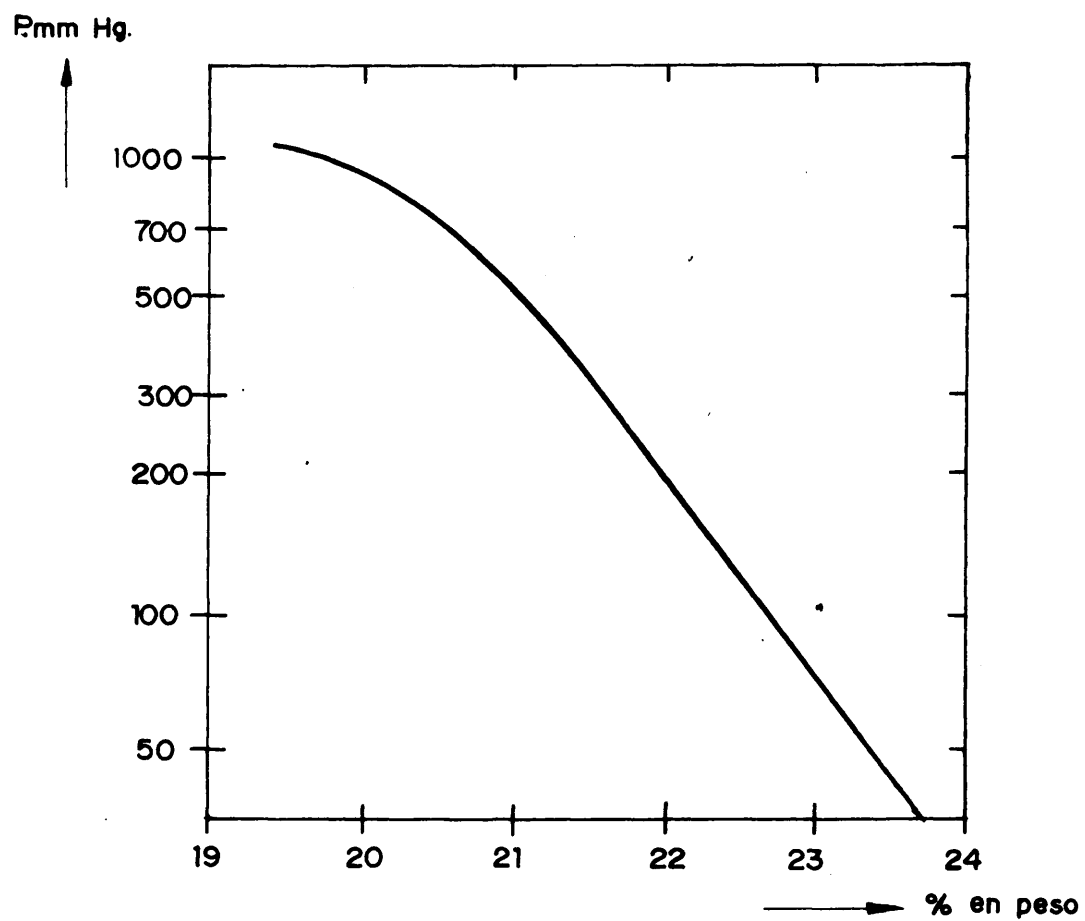


FIG. 4-5.- VARIACION DEL AZEOTROPO  
CLH-H<sub>2</sub>O CON LA PRESION

$\text{ClH} - \text{H}_2\text{O}$  a 710 mm. Hg.  
 $\text{ClH} - \text{H}_2\text{O}$  a 100 mm. Hg.  
 $\text{ClH} - \text{SO}_4\text{H}_2$  (9%) -  $\text{H}_2\text{O}$  a 710 mm Hg.  
 $\text{ClH} - \text{SO}_4\text{H}_2$  (9%) -  $\text{H}_2\text{O}$  a 100 mm Hg.  
 $\text{ClH} - \text{SO}_4\text{H}_2$  (17%) -  $\text{H}_2\text{O}$  a 710 mm Hg.  
 $\text{ClH} - \text{SO}_4\text{H}_2$  (17%) -  $\text{H}_2\text{O}$  a 100 mm Hg.

#### 4.3.3. Valores experimentales

En la tabla 4.1.1. se han representado el número de las tablas correspondientes a los datos experimentales de cada una de las funciones de equilibrio, así como las figuras donde se han expresado graficamente dichos valores, correspondiente a toda la experimentación con ácido clorhídrico.

T a b l a 4-1-1

FUNCION	TABLA	FIGURA
$\text{ClH}-\text{H}_2\text{O}$ 710 mm.	4-1	4-6
$\text{ClH}-\text{H}_2\text{O}$ 100 mm.	4-2	4-7
$\text{ClH}-\text{SO}_4\text{H}_2$ (9 %) - $\text{H}_2\text{O}$ 710 mm.	4-3	4-8
$\text{ClH}-\text{SO}_4\text{H}_2$ (9 %) - $\text{H}_2\text{O}$ 100 mm.	4-4	4-9
$\text{ClH}-\text{SO}_4\text{H}_2$ (17%) - $\text{H}_2\text{O}$ 710 mm.	4-5	4-10
$\text{ClH}-\text{SO}_4\text{H}_2$ (17%) - $\text{H}_2\text{O}$ 100 mm.	4-6	4-11

#### 4.3.4. Mezclas $\text{NO}_3\text{H} - \text{H}_2\text{O}$ y $\text{NO}_3\text{H} - \text{SO}_4\text{H}_2 - \text{H}_2\text{O}$

Concluida la experimentación con el ácido clorhídrico, se pasó a trabajar en la misma forma con el ácido nítrico.



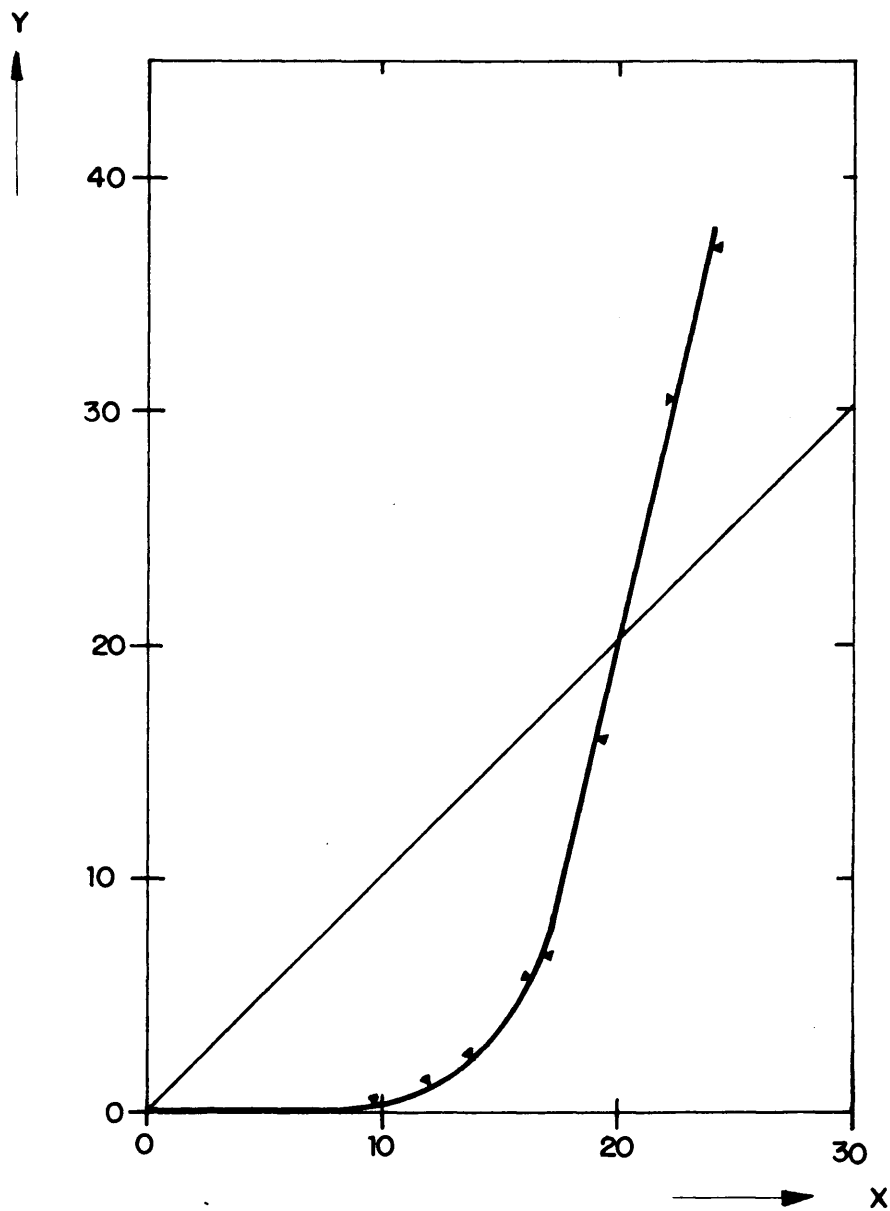


FIG. 4-6.- FUNCION DE EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR  
CLH - H<sub>2</sub>O a 710 mm Hg.

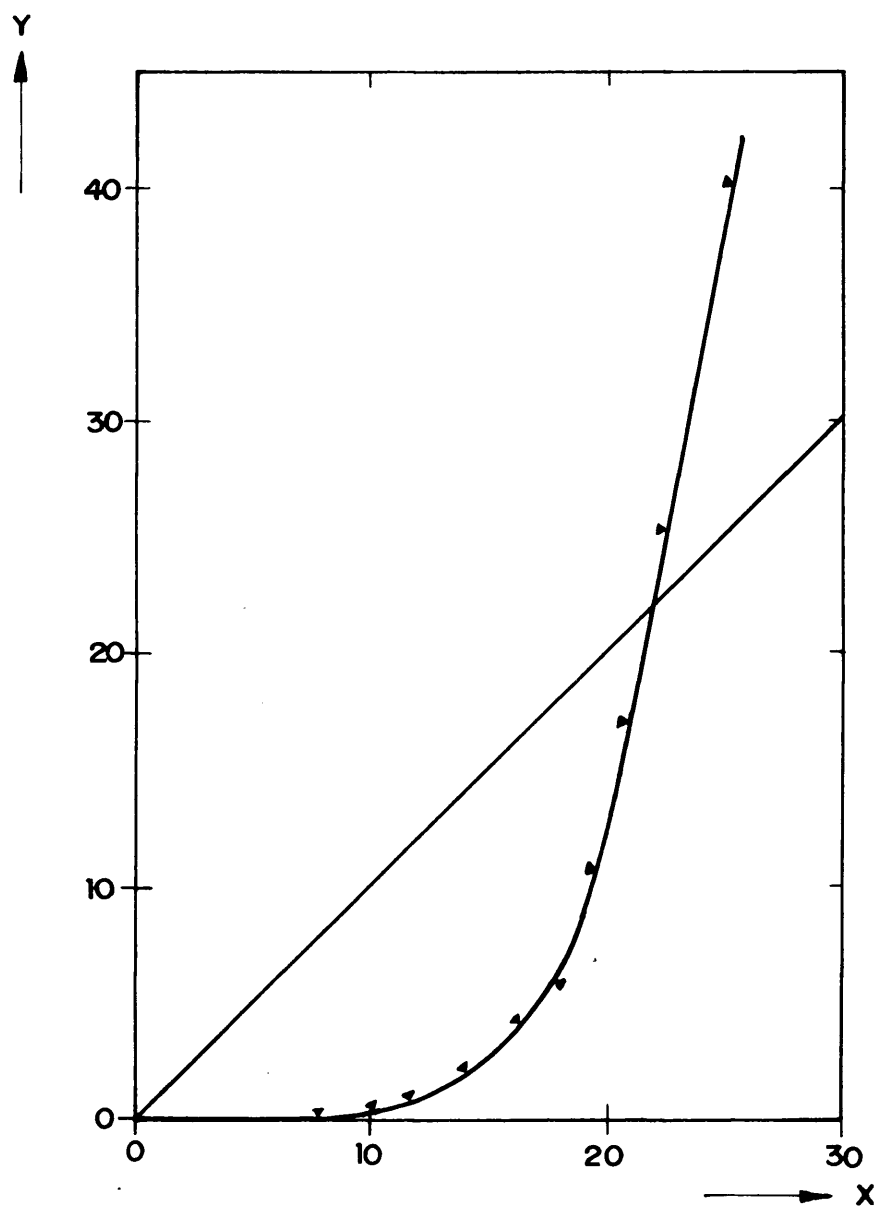


FIG. 4-7.- FUNCION DE EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR  
CLH - H<sub>2</sub>O a 100 mm Hg.

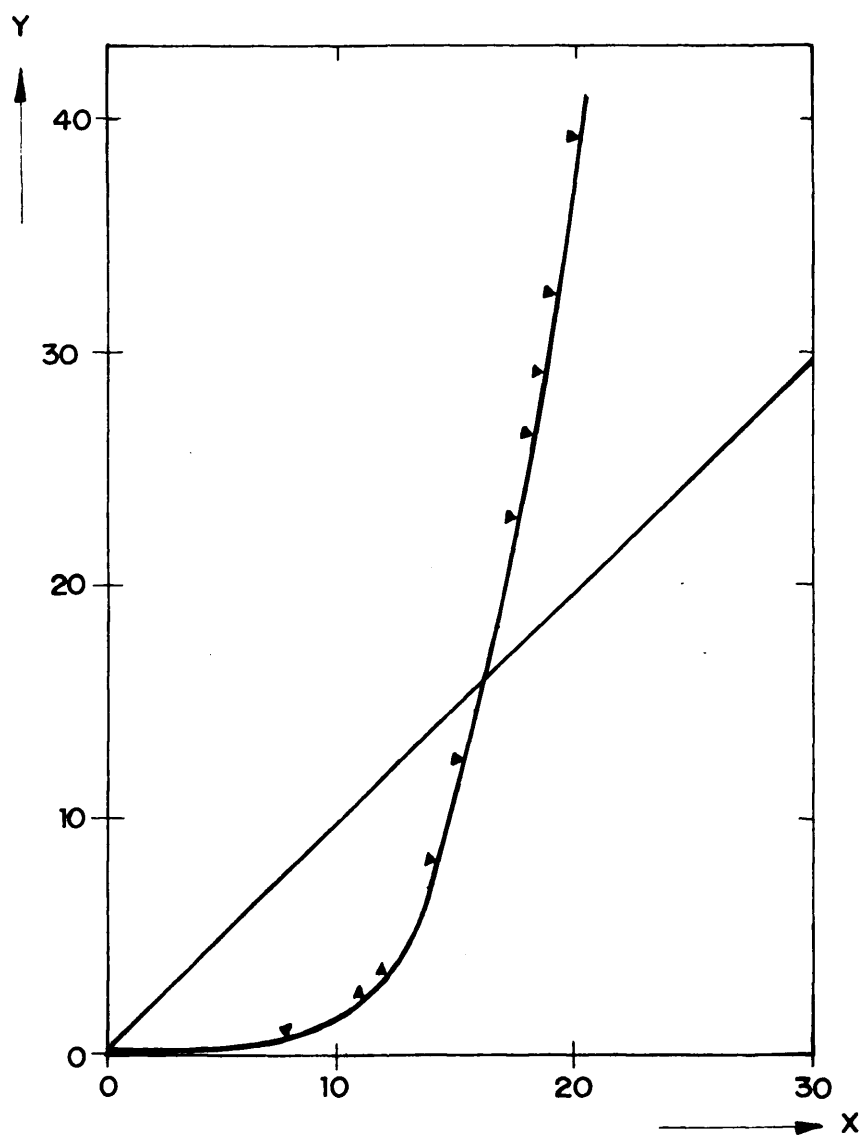


FIG. 4-8.- FUNCION DE EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR  
CLH- $\text{SO}_4\text{H}_2$ (9%)- $\text{H}_2\text{O}$  a 710 mm Hg.

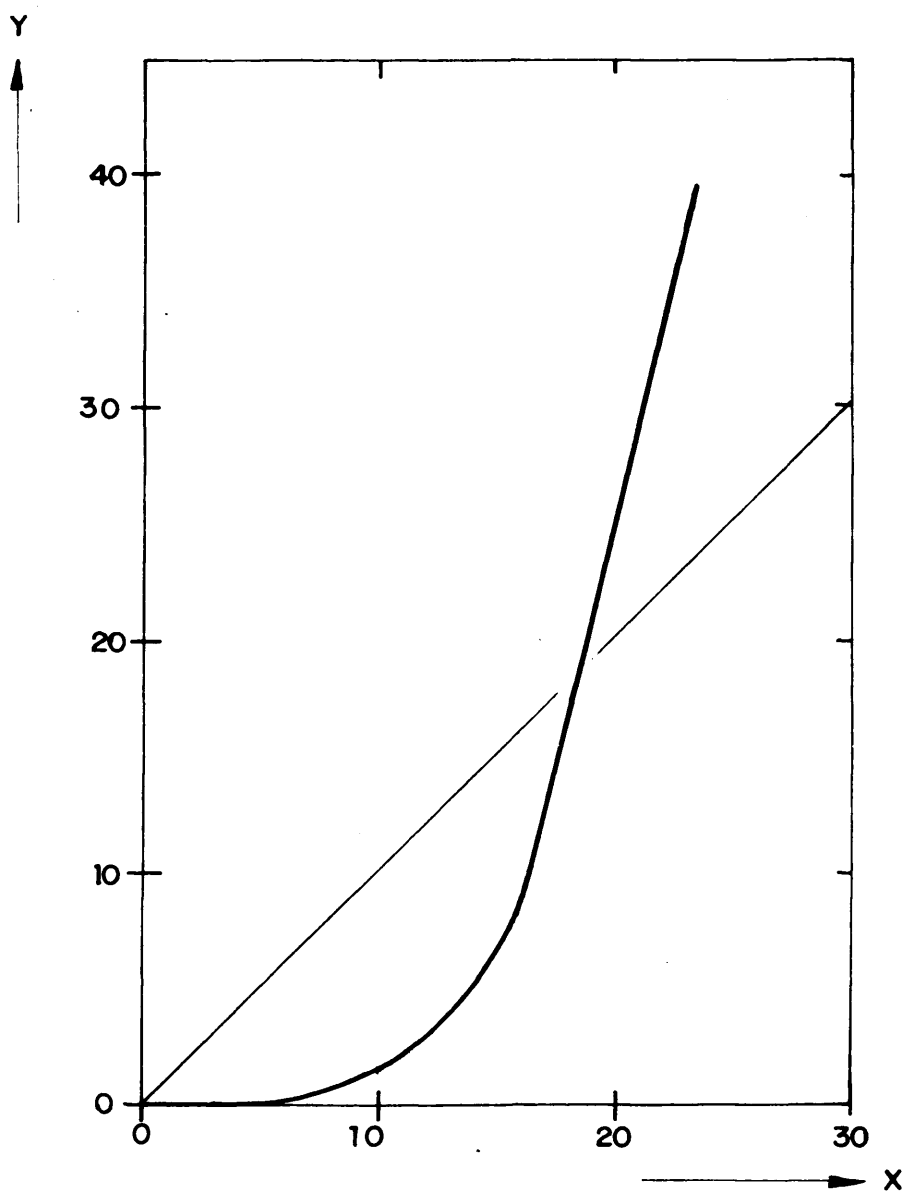


FIG. 4.9. – FUNCION DE EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR  
CLH-SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> (9%)-H<sub>2</sub>O a 100 mm Hg.

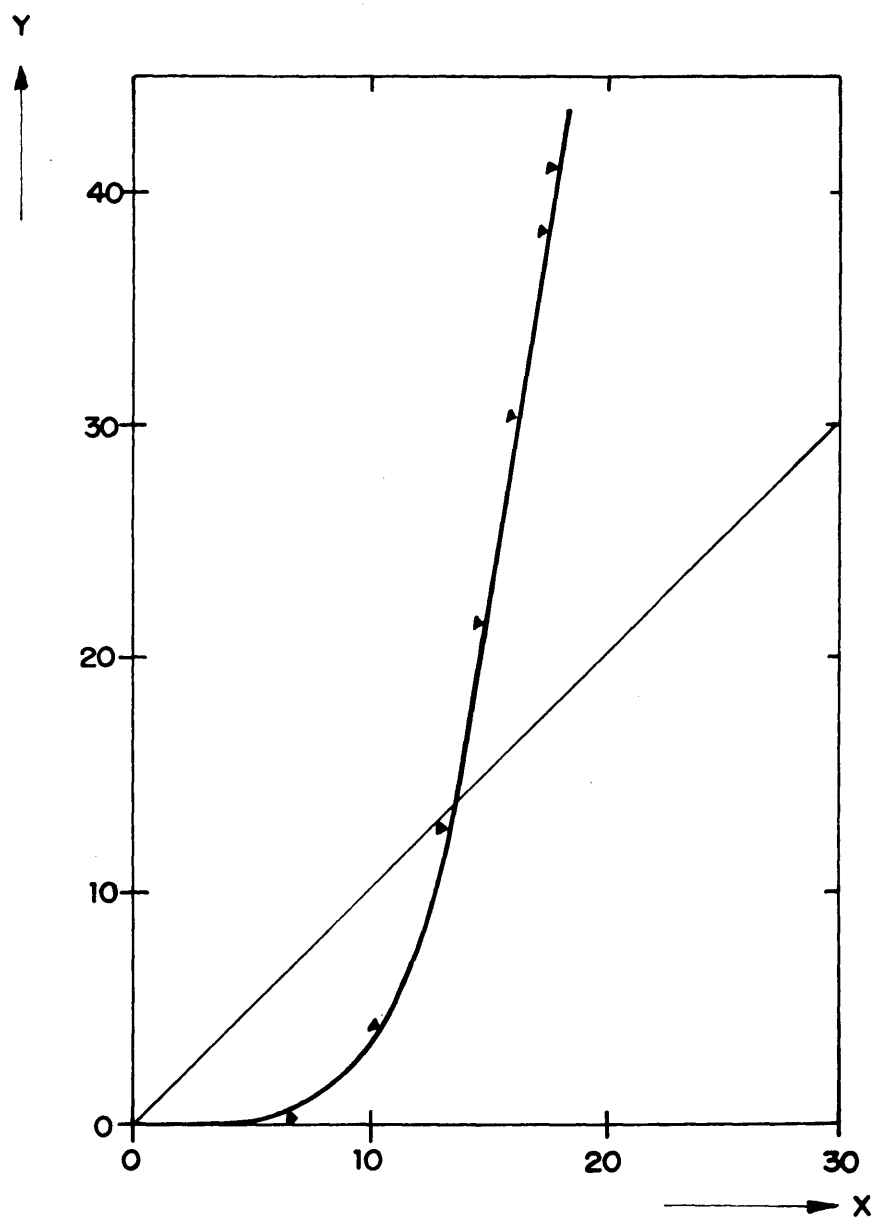


FIG. 4-10.- FUNCION DE EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR  
CLH-SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> (17%)-H<sub>2</sub>O a 710 mm Hg.

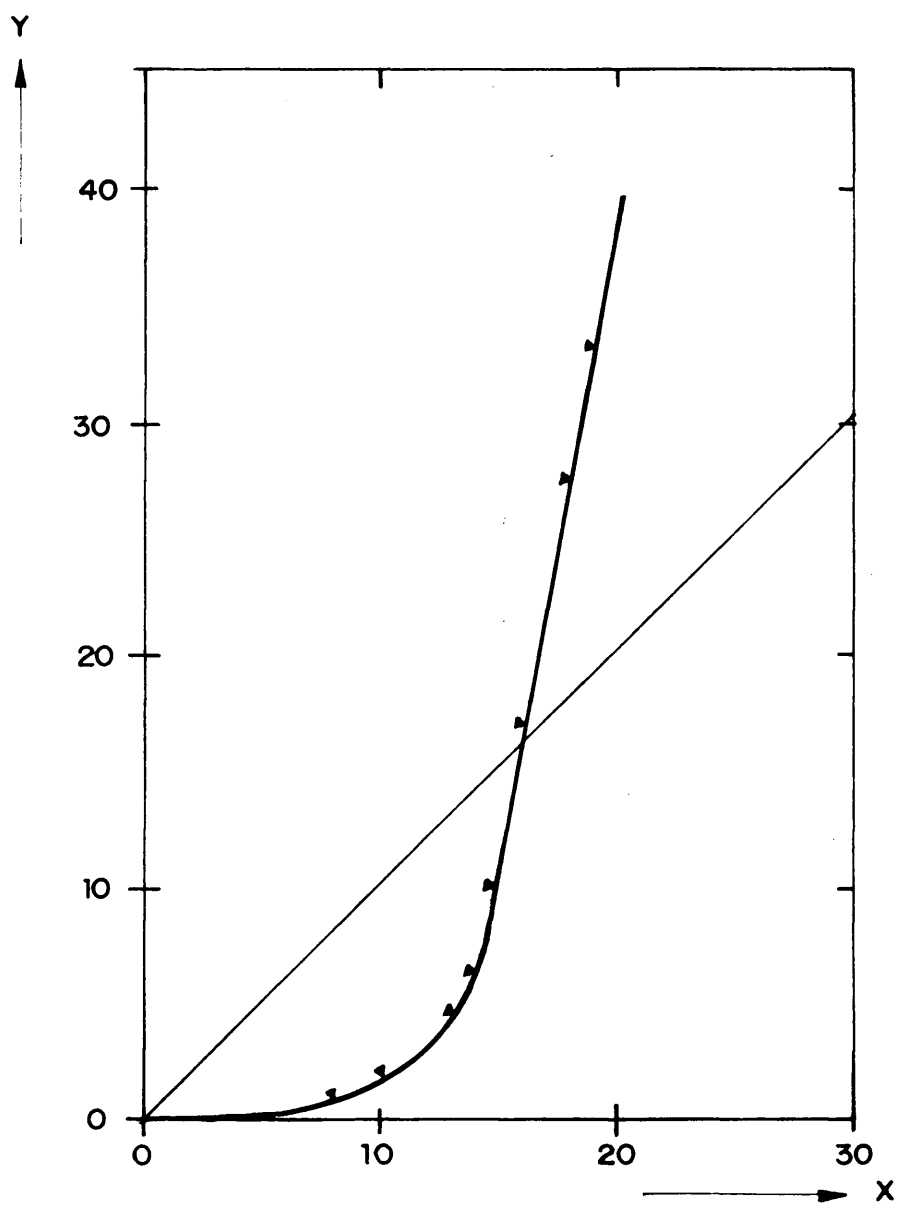


FIG. 4-11.- FUNCION DE EQUILIBRIO LIQUIDO - VAPOR  
CLH-SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> (17%)-H<sub>2</sub>O a 100 mm Hg.

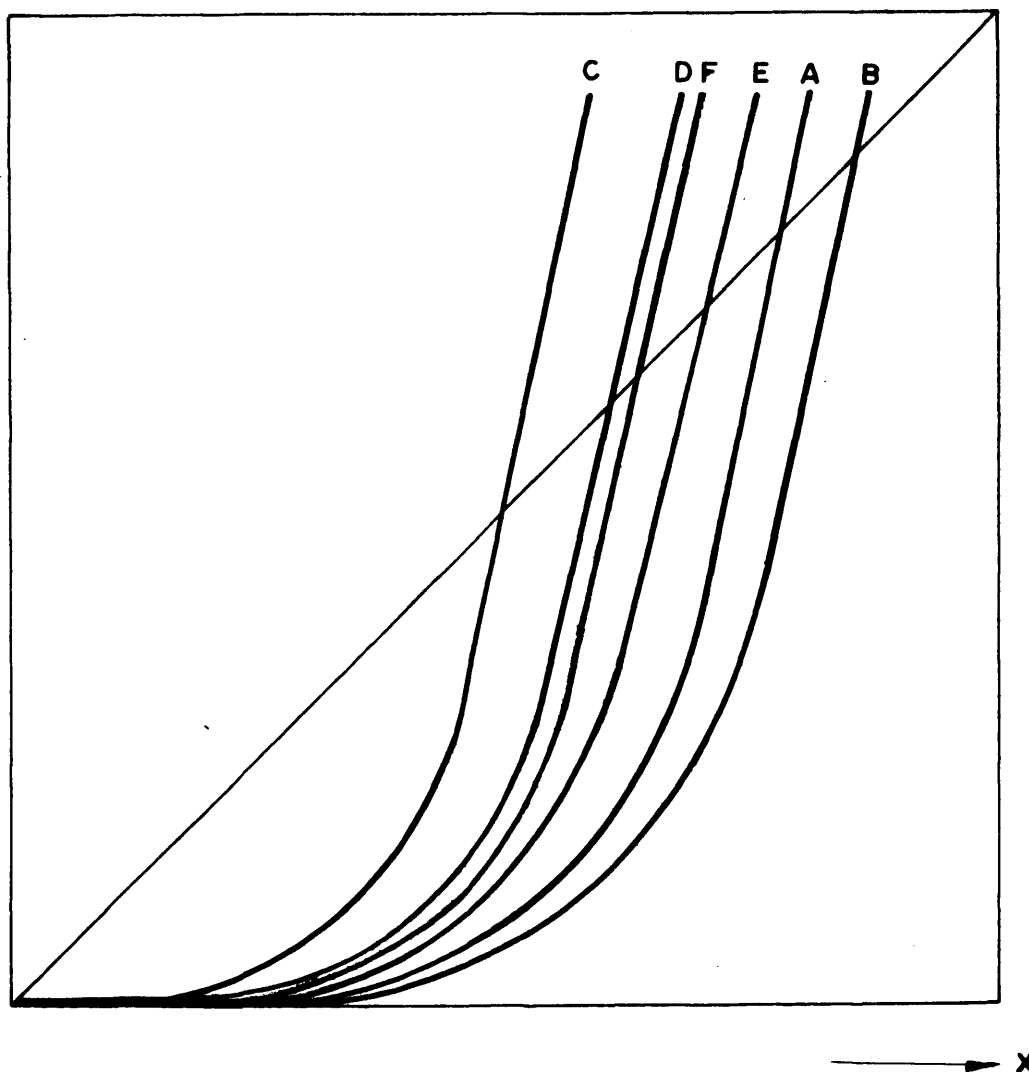
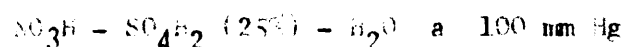
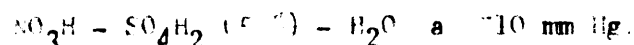


FIG. 4-12

- |    |   |           |
|----|---|-----------|
| A. | CLH-H <sub>2</sub> O                                      | 710 mm Hg |
| B. | CLH-H <sub>2</sub> O                                      | 100 mm Hg |
| C. | CLH-SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> (17%)-H <sub>2</sub> O | 710 mm Hg |
| D. | CLH-SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> (17%)-H <sub>2</sub> O | 100 mm Hg |
| E. | CLH-SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> (9%)-H <sub>2</sub> O  | 100 mm Hg |
| F. | CLH-SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> (9%)-H <sub>2</sub> O  | 710 mm Hg |

En este caso se consideró oportuno, para conocer el entorno de la variación de concentración durante la vaporización súbita, operar con las tres soluciones siguientes,



Los datos correspondientes a sus tres funciones de equilibrio aparecen en las tablas 4-7, 4-8 y 4-9 y sus representaciones gráficas en las figuras 4-13 4-14 y 4-15 respectivamente

#### 4.4. CONSISTENCIA DE LOS DATOS

Antes de tratar de interpretar los valores obtenidos se ha realizado un estudio de su consistencia.

Las medidas de datos de equilibrio están afectadas de un error que depende del aparato usado y de la precisión o exactitud de las medidas analíticas que dan la composición del líquido y el vapor.

Las desviaciones son mas amplias, en general, en las zonas planas de las curvas. Para hacer resaltar estas diferencias, o lo que es igual, conocer la consistencia de los datos se han propuesto una serie de ecuaciones y mecanismos basados en su mayoría en relaciones termodinámicas

al la ecuación de Duhem - Margules:

$$\frac{x_1}{P_1} \frac{dP_1}{dx_1} - \frac{x_2}{P_2} \frac{dP_2}{dx_2} = 0$$



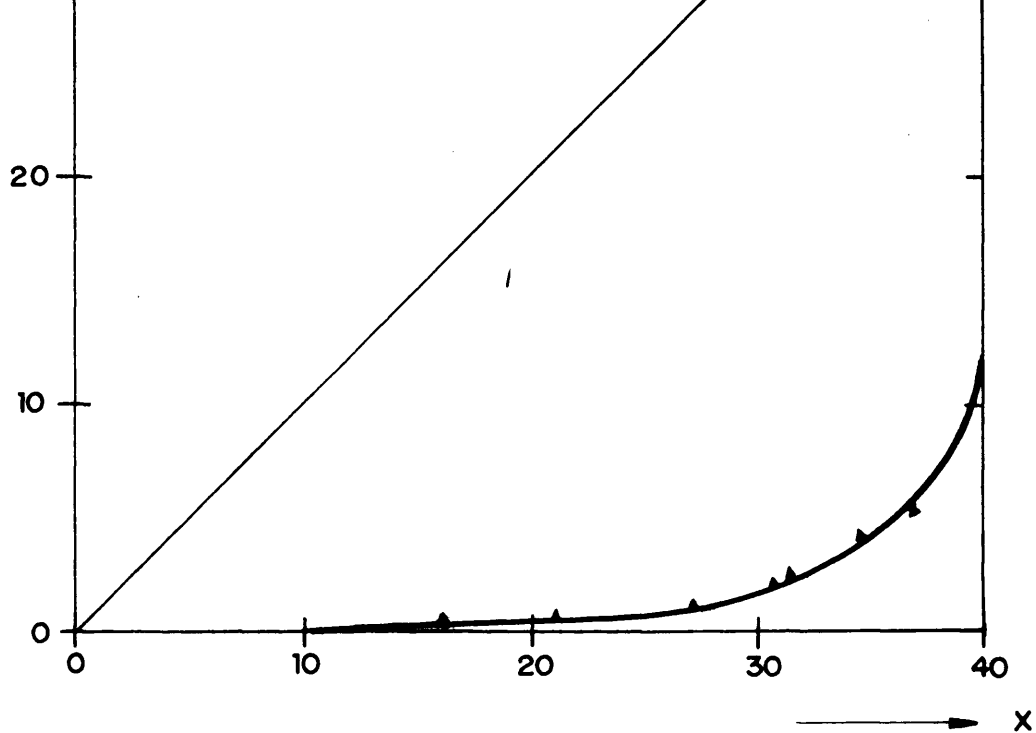


FIG.4-13.- FUNCION DE EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR  
 $\text{NO}_3\text{H}-\text{H}_2\text{O}$  710 mm Hg.

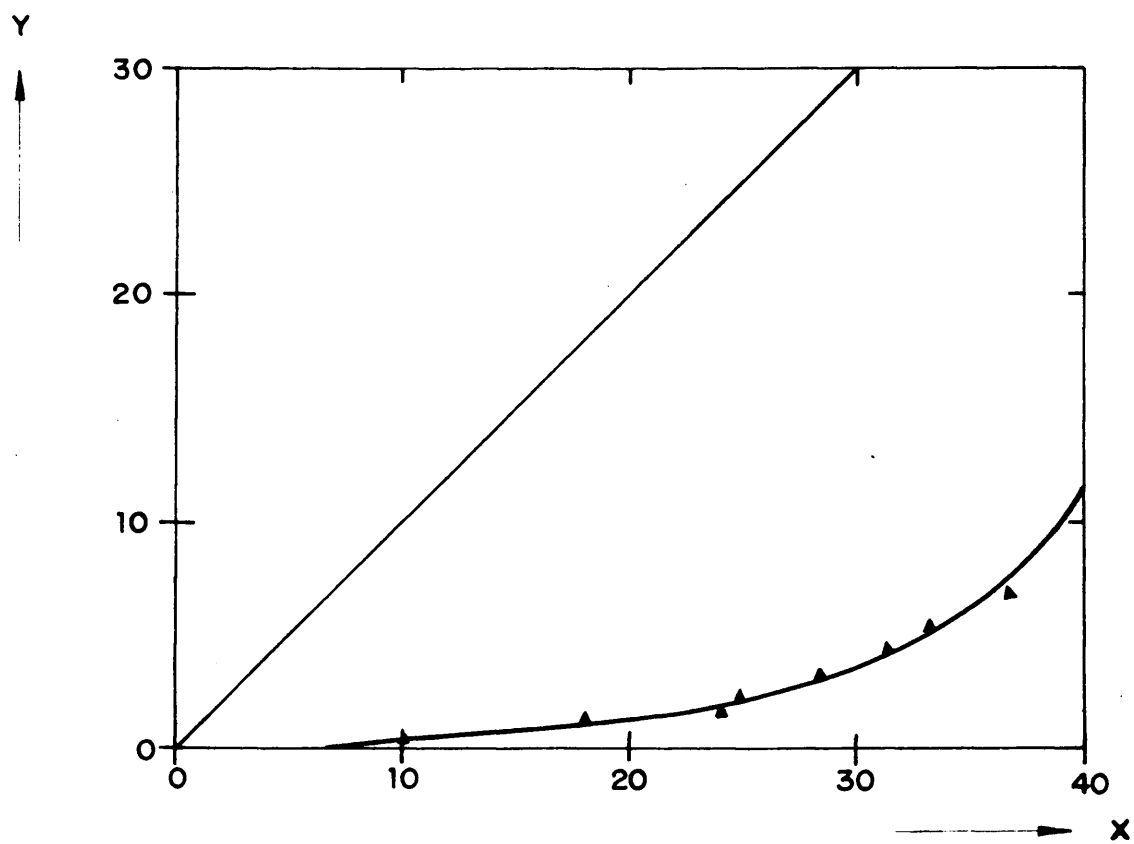


FIG. 4 -14.- FUNCION DE EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR  
 $\text{NO}_3\text{H}-\text{SO}_4\text{H}_2$  (5%)- $\text{H}_2\text{O}$  710 mm Hg.

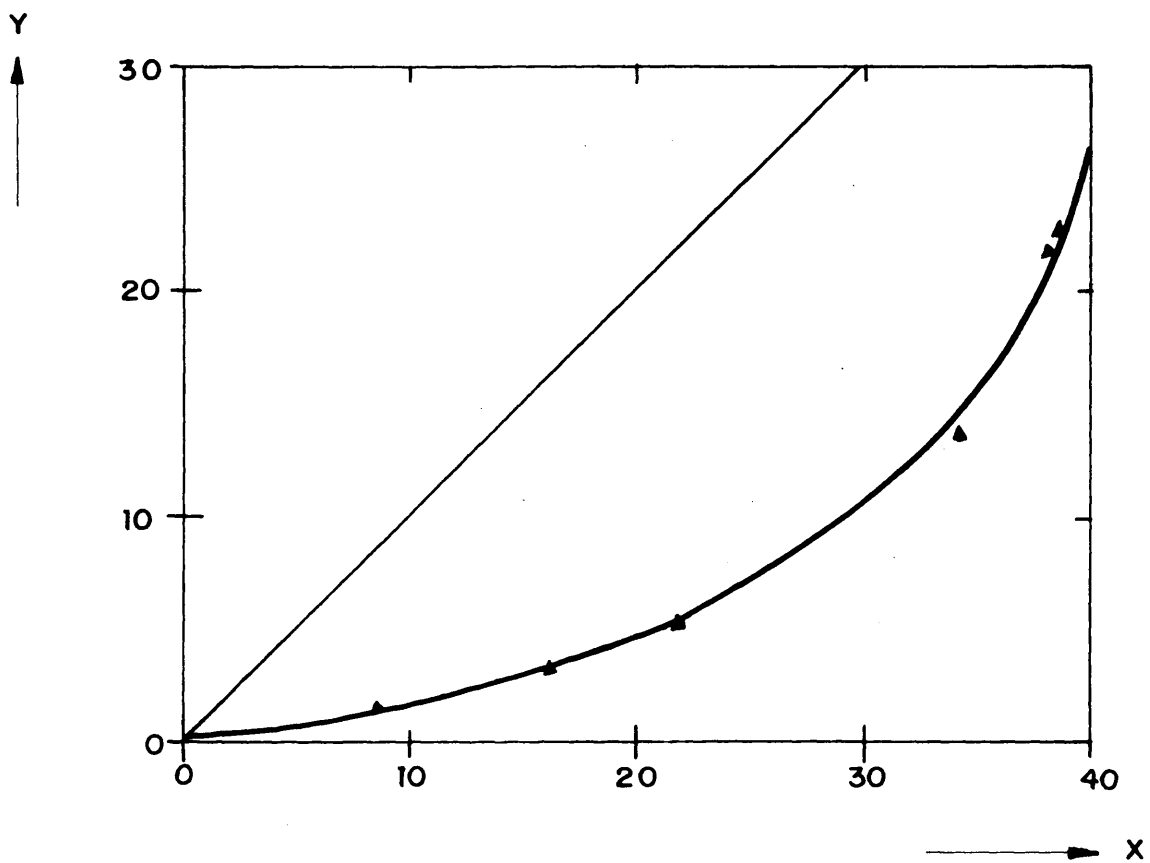


FIG.4-15.- FUNCION DE EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR  
 $\text{NO}_3\text{H}-\text{SO}_4\text{H}_2$  (25%)- $\text{H}_2\text{O}$  100 mm Hg.

para conducta ideal de la fase vapor y presiones bajas (una atmósfera como máximo).

b) Para datos isoterms la ecuación de Redlich yister:

$$\log \frac{v_1}{v_2} = \log \frac{P_2^{x_2}}{P_1^{x_1}} - \log \frac{P_1}{P_2}$$

Esta relación debida a Redlich es sólo utilizable con datos isobaricos, referidos a la temperatura de ebullición del sistema:

$$\frac{dv_1}{dx_1} = S \frac{x_1 - v_1}{x_1 v_2}$$

No obstante para el estudio de la consistencia de datos experimentales de acuerdo con algunas de las correlaciones presentadas, se tiene la dificultad de que al ser limitadas las zonas de interés práctico, así como al presentarse sistemas ternarios, es practicamente imposible utilizarlas.

Por ello, aun siendo sólo una interpretación cualitativa se ha utilizado la representación:

$$(y - x) = f(x)$$

para comparar los resultados obtenidos con la misma representación de los sistemas binarios dados en la bibliografía.

En las figuras 4-16 a 4-21 aparecen estas funciones para todas las experiencias realizadas con ácido clorhídrico. El punto de corte de la función con el eje de abscisas corresponde exactamente con el valor encontrado para el azeotropo en la representación de la función  $y = f(x)$ .

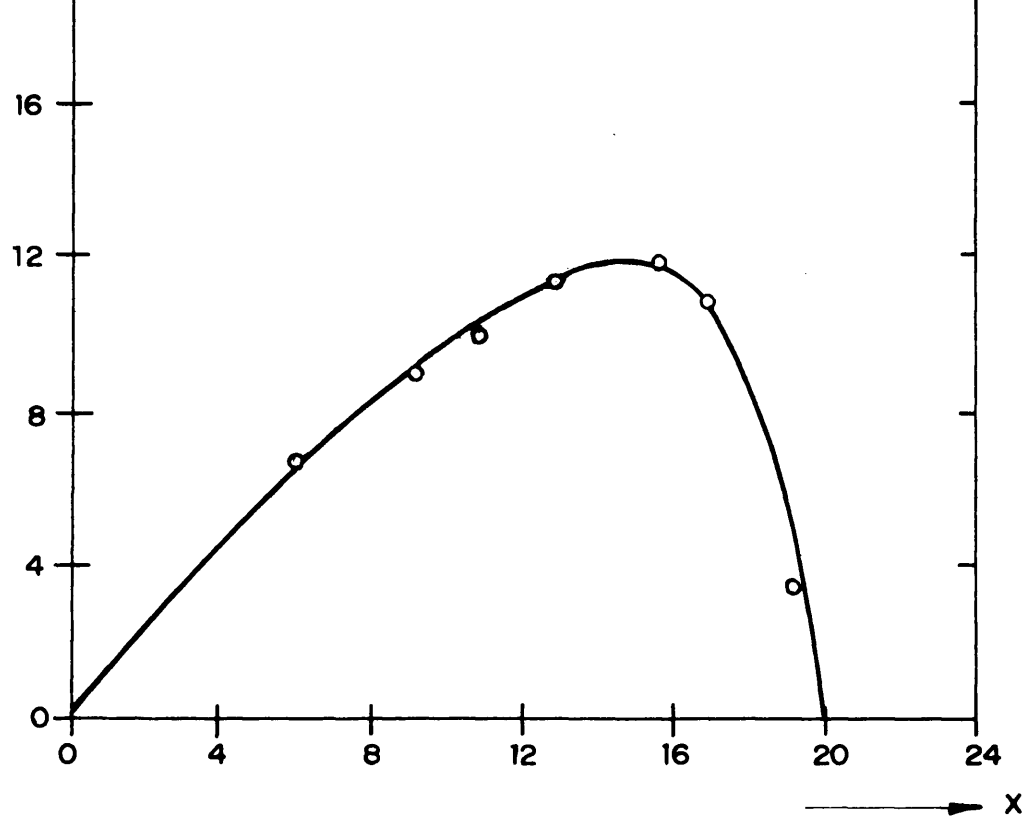


FIG. 4-16.- CLH-H<sub>2</sub>O @ 710 mm Hg.

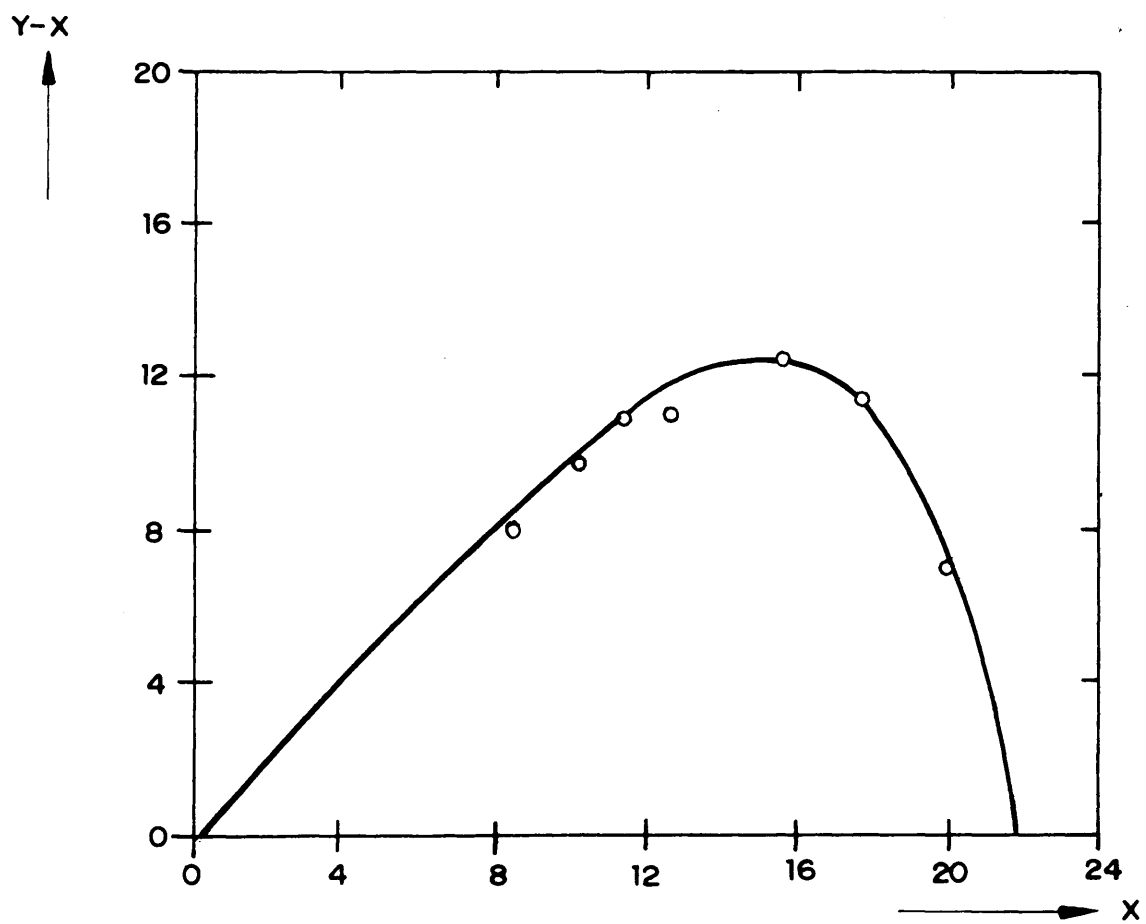


FIG. 4-17.- CLH-H<sub>2</sub>O @ 100 mm Hg.

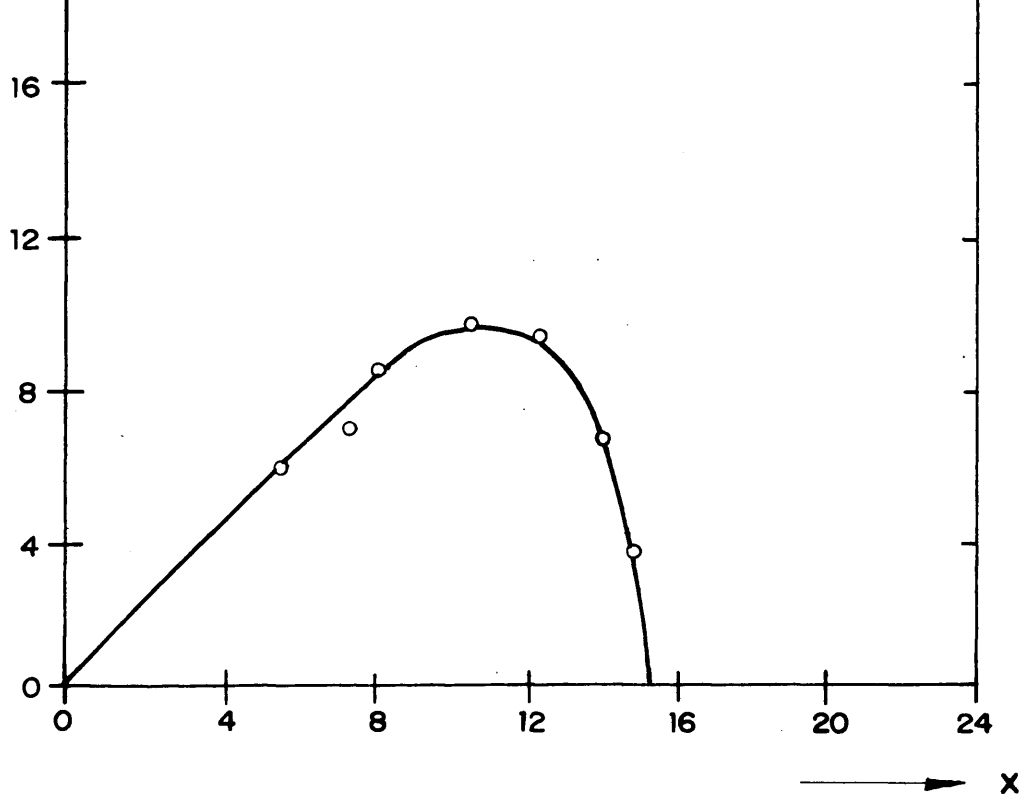


FIG. 4-18.- CLH-SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> (9%)-H<sub>2</sub>O a 710 mm Hg.

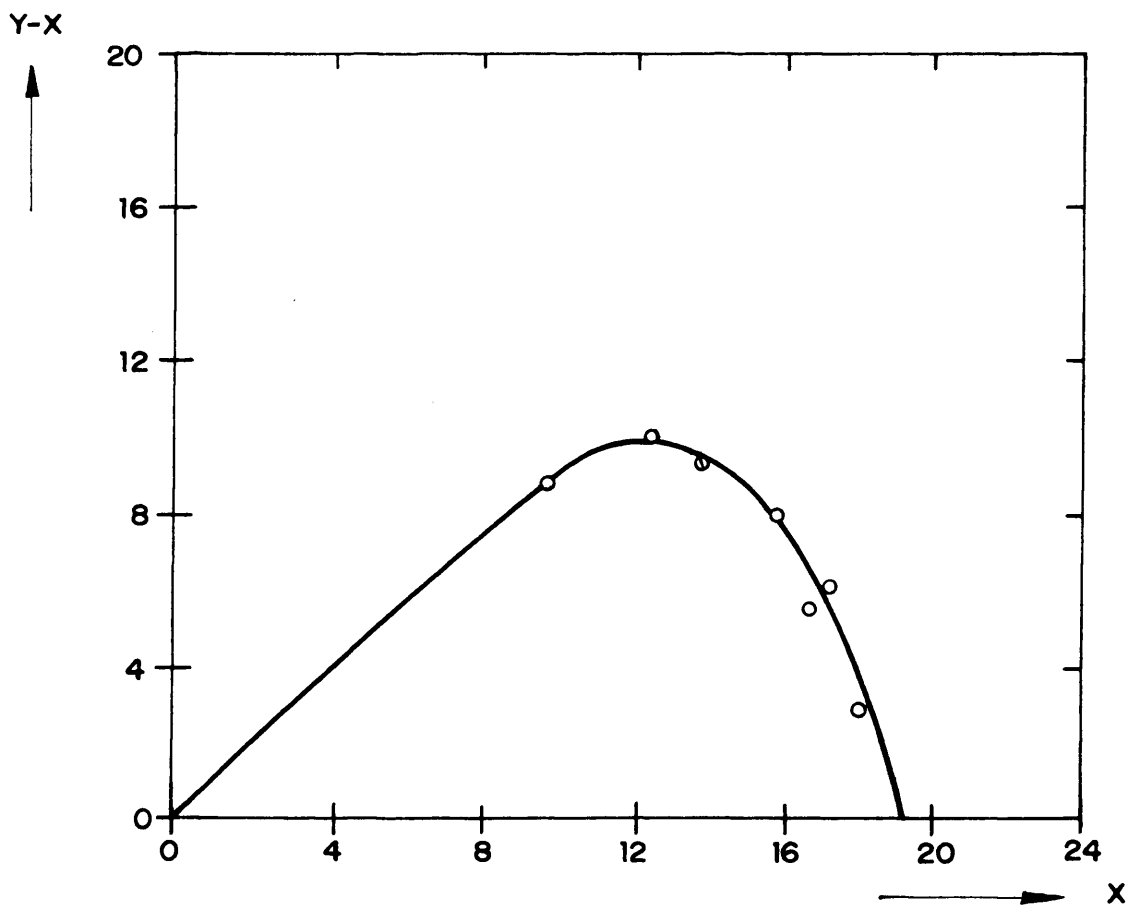


FIG. 4-19.- CLH-SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> (9%)-H<sub>2</sub>O a 100 mm Hg.

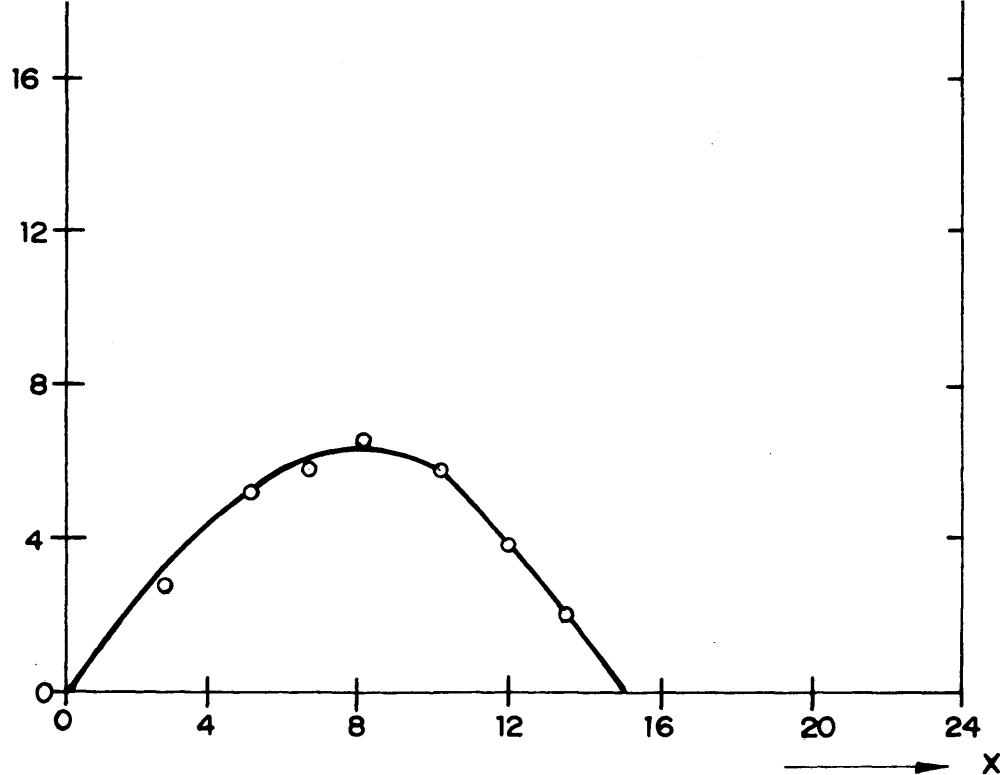


FIG. 4-20.- CLH-SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> (17%)-H<sub>2</sub>O a 710 mm Hg.

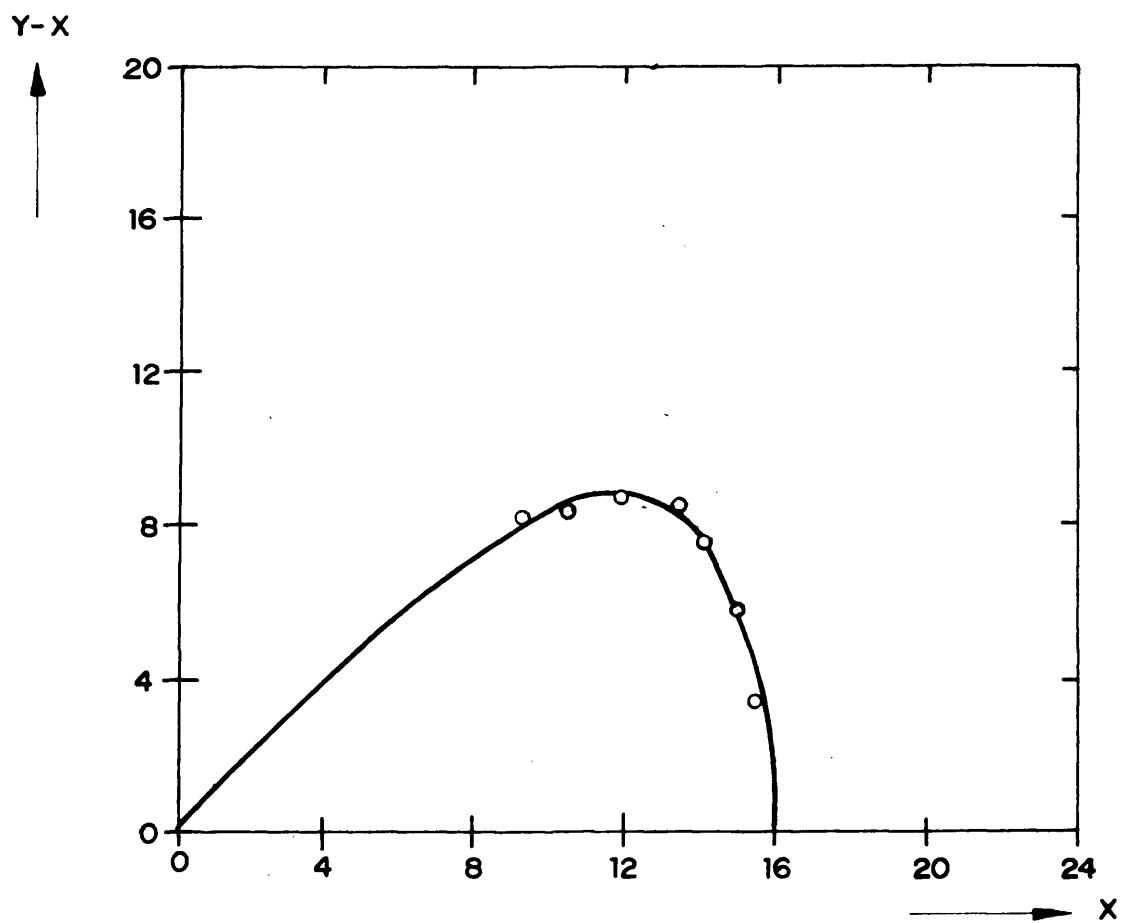


FIG. 4-21.- CLH-SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> (17%)-H<sub>2</sub>O a 100 mm Hg.

En las figuras 4-22 a 4-24 se han representado las funciones correspondientes a las experiencias con ácido nítrico. Estas no recogen el valor del azeotropo, ya que para  $\text{HNO}_3 - \text{H}_2\text{O}$  a 60 mm de  $\text{Hg}$  de presión corresponde a un valor de  $x$  del 68%, pero si se aprecia la tendencia de la función a disminuir dicho valor, al aumentar el porcenta de substancia inerte ( $\text{SO}_4\text{H}_2$ ), estando ello acorde totalmente con la bibliografía (fig. 4-25).

#### 4.5. VARIACION DE LA CONCENTRACION EN LA VAPORIZACION SUBITA

Para poder utilizar los datos experimentales obtenidos en la determinación de la variación de la concentración del ácido en la operación del cambiador de calor en la vaporización súbita, se puede plantear el tratamiento matemático conocido para la operación de destilación simple.

Establecido un balance parcial referido al componente volátil puede escribirse:

$$Lx = (L - dL)(x - dx) + y dL$$

En la que  $L$  es la cantidad de fase acuosa que llegaría a la etapa del cambiador de vaporización súbita y  $x$  la composición de esta misma fase referida al componente volátil. Al producirse una vaporización  $dL$  el vapor en equilibrio tendría la composición  $y$ .

La integración de la expresión anterior, una vez ordenada conduce a la siguiente:

$$\ln \frac{L_1}{L_2} = \int_{x_1}^{x_2} \frac{dx}{y - x}$$

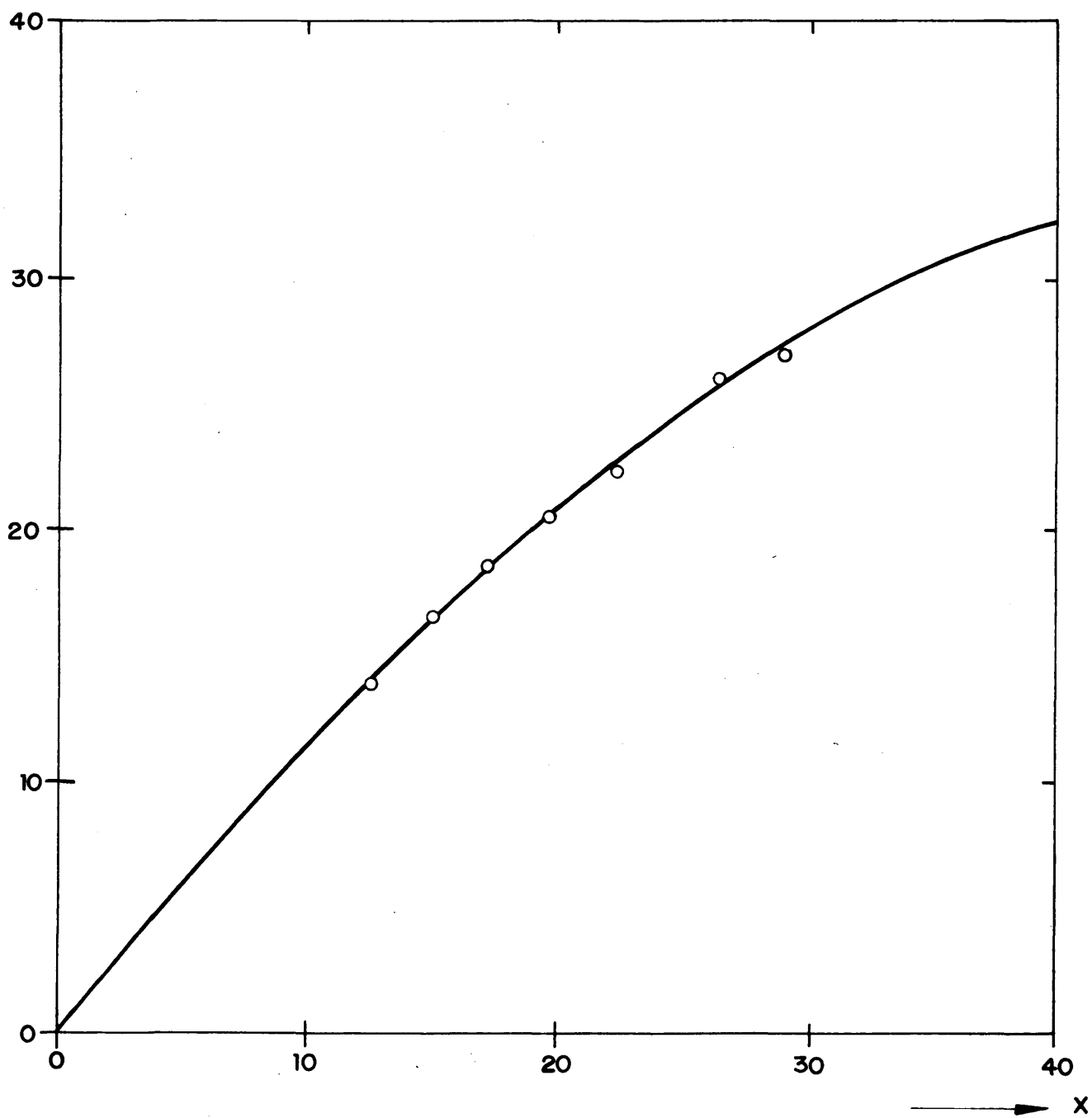


FIG. 4-22  $\text{NO}_3\text{H}-\text{H}_2\text{O}$  at 710 mm Hg.



x

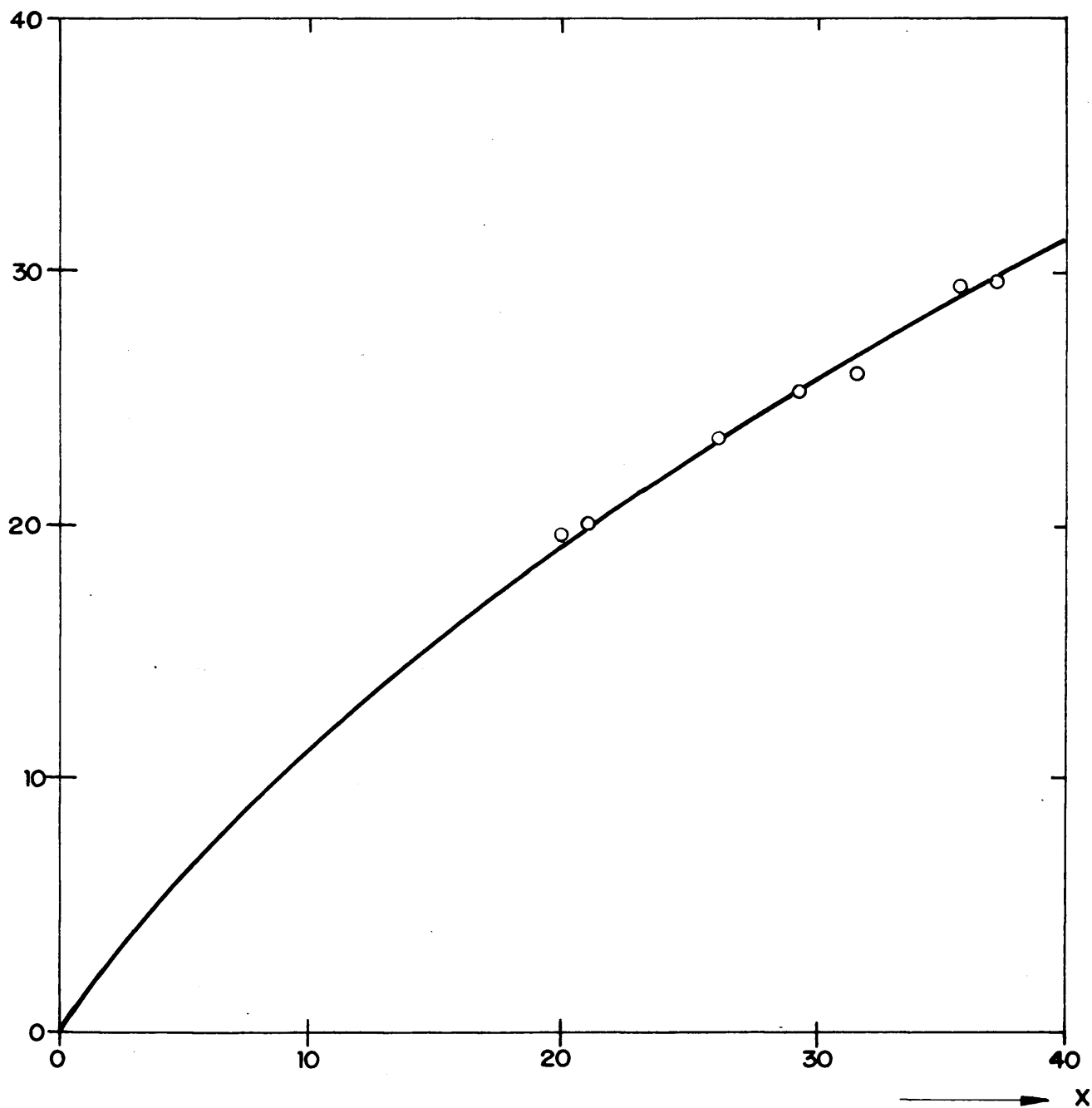


FIG. 4-23.-  $\text{NO}_3\text{N-SO}_4\text{H}_2$  (5%)- $\text{H}_2\text{O}$  a 710 mmHg.

x

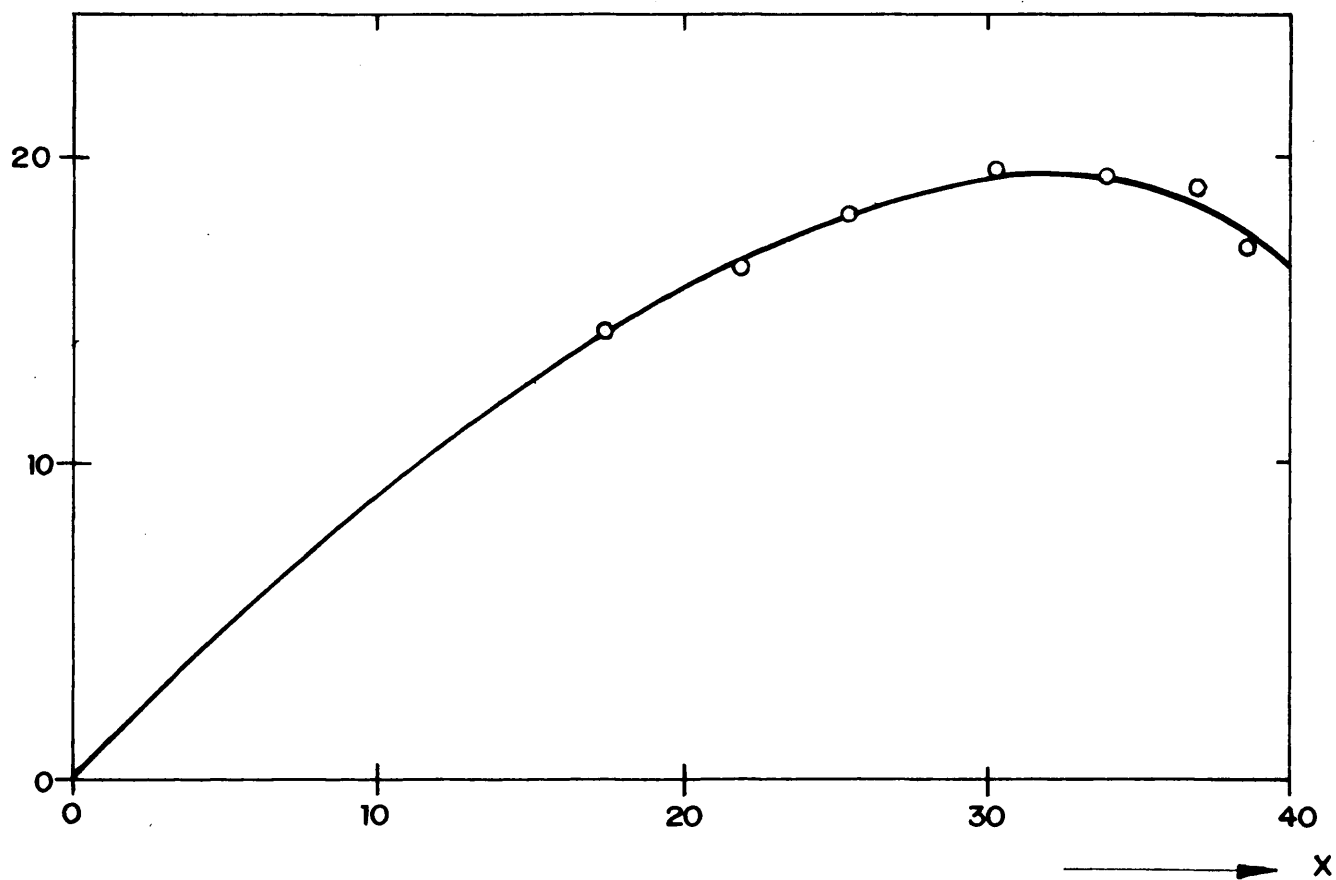


FIG. 4-24.-  $\text{NO}_3\text{H}-\text{SO}_4\text{H}_2$  (25%)- $\text{H}_2\text{O}$  a 100 mm Hg.

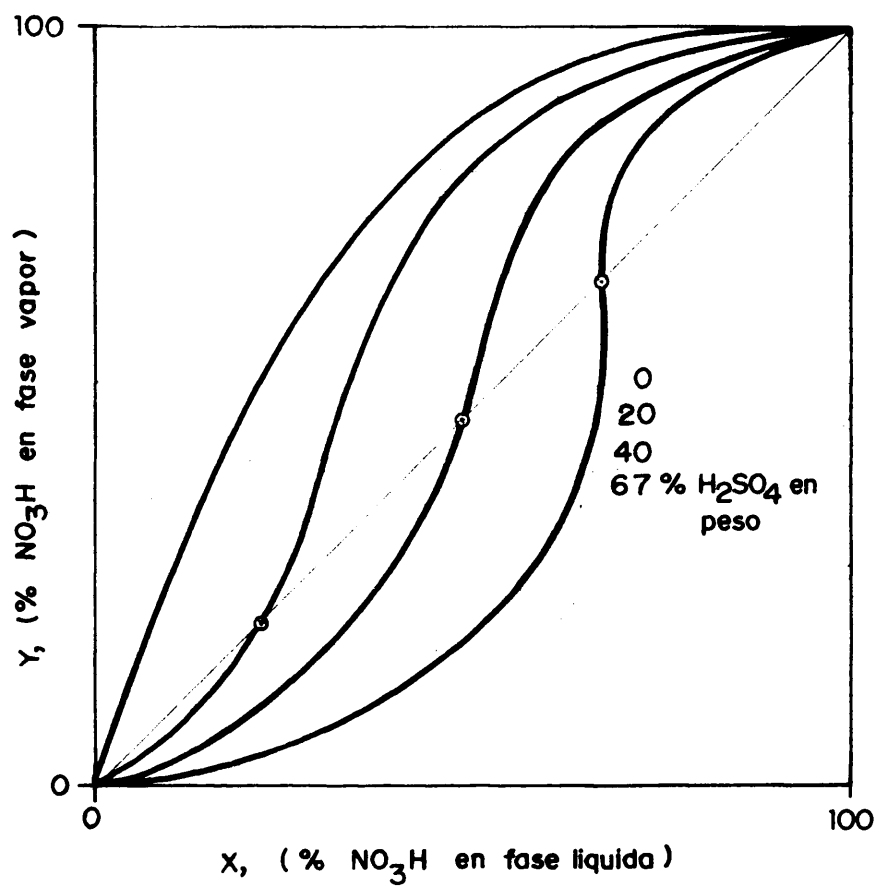


FIG. 4-25.- VARIACION DE AZEOTROPO  $\text{NO}_3\text{H} - \text{SO}_4\text{H}_2$

Para integrar esta expresión es necesario conocer la función  $y = f(x)$  y como camino más sencillo y rápido puede emplearse la integración gráfica, representando  $\frac{1}{y-x}$  frente a  $x$ .

Con el fin de poder utilizar esta expresión de forma que fácilmente se pueda estimar la variación de la concentración en cada etapa se ha representado el valor de la integral en función de  $x$  (figuras 4.26 a 4.31).

Sobre estas gráficas se han señalado las bandas que limitan las variaciones de la composición en cada etapa, cuando la cantidad destilada representa un 5 ó 10 % de la cantidad alimentada.

Estos porcentajes se eligieron teniendo en cuenta que puede representar la cantidad total destilada de una alimentación al cambiador a una temperatura próxima a 100°C que se enfriase a 30°C. No se fija el intervalo exacto de temperatura porque el calor específico de la pulpa mineral que se lleva al cambiador puede variar entre el valor del agua 1 y 0.65 en la zona práctica de operación.

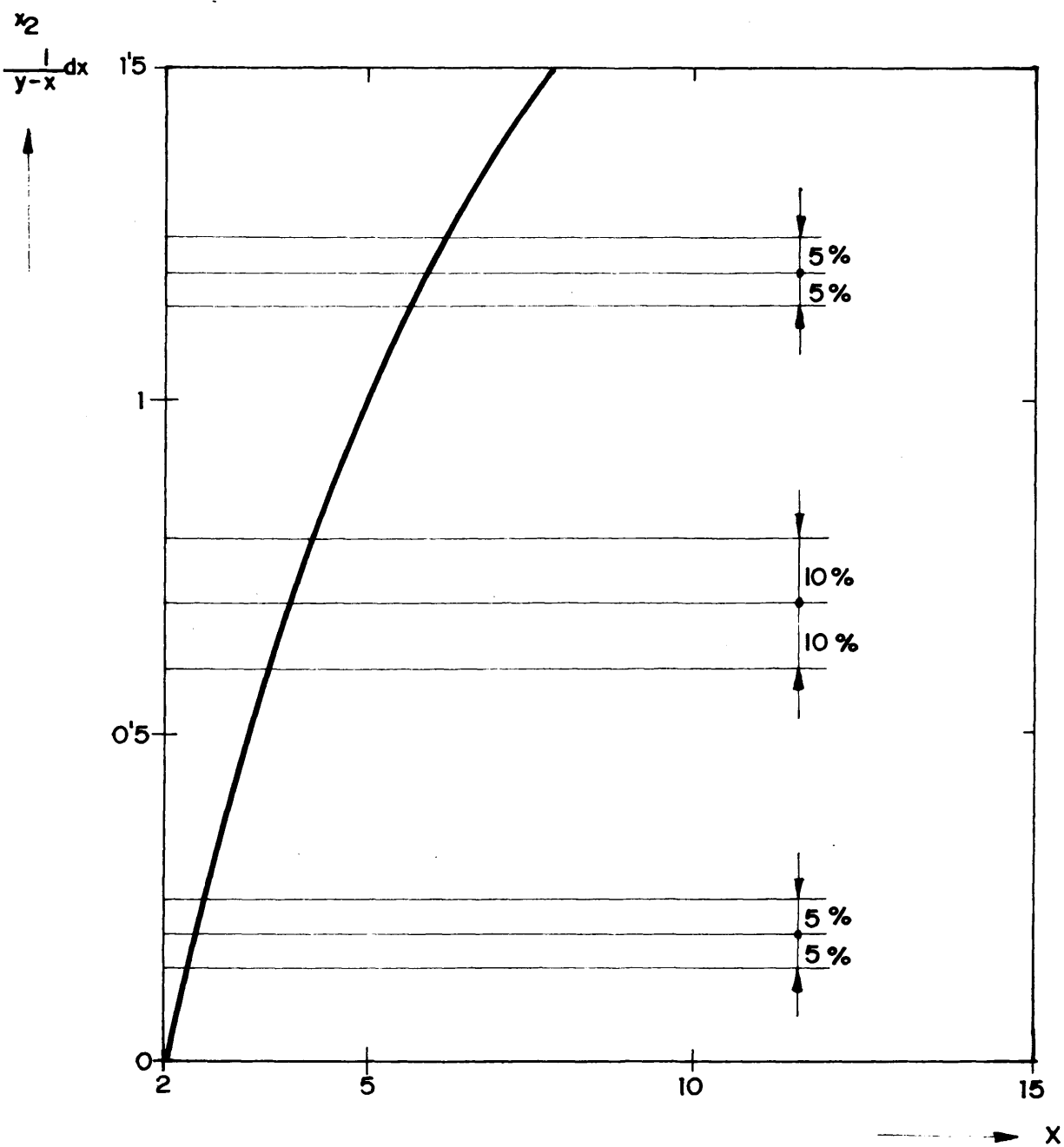


FIG. 4-26.-  $\int_{x_1}^{x_2} \frac{1}{y-x} dx = f(x)$  CLH-SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub>. 710 mm Hg.

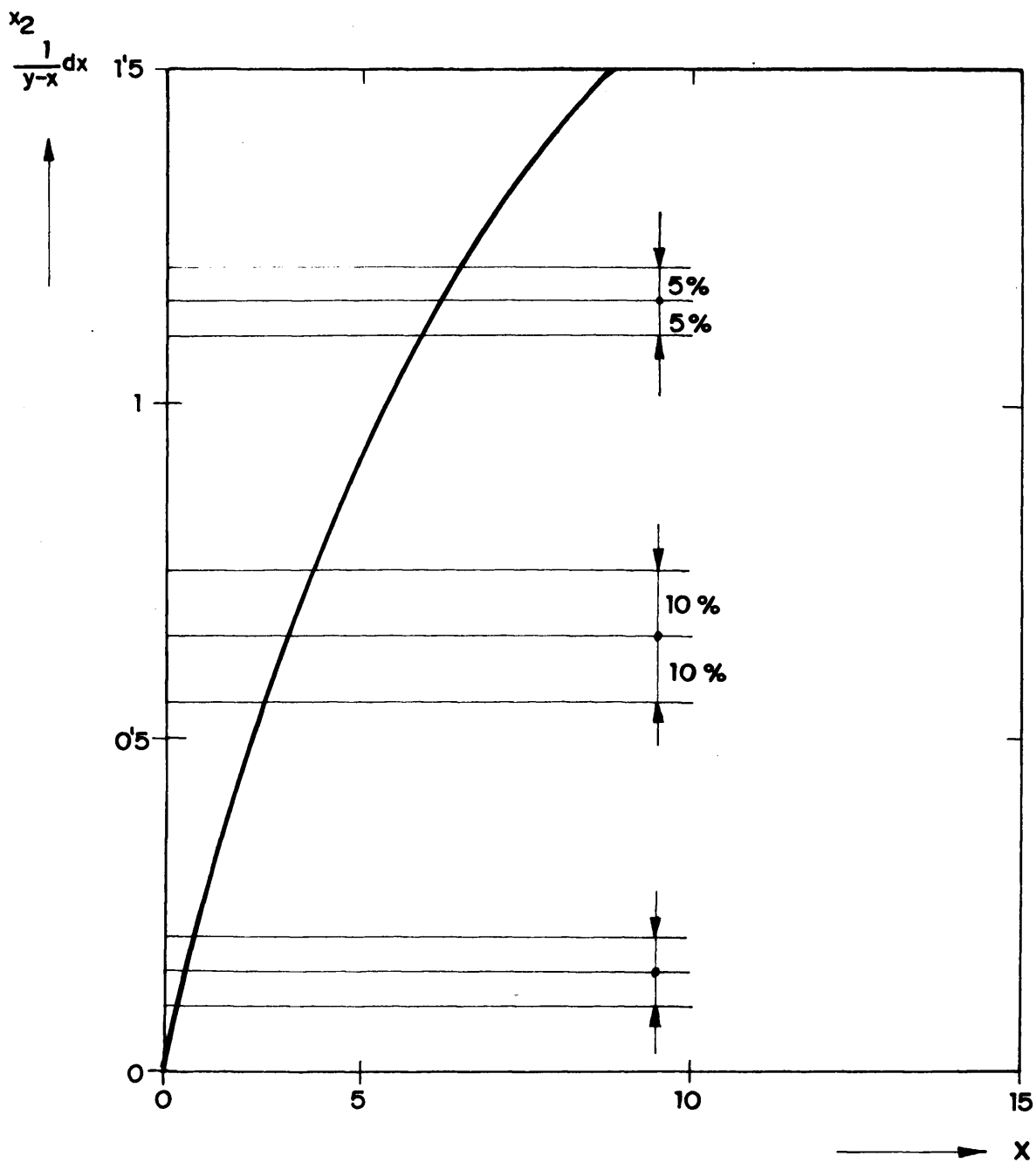


FIG. 4-27.-  $\int_{x_1}^{x_2} \frac{1}{y-x} dx = f(x)$  CLH-H<sub>2</sub>O. 100 mm Hg.

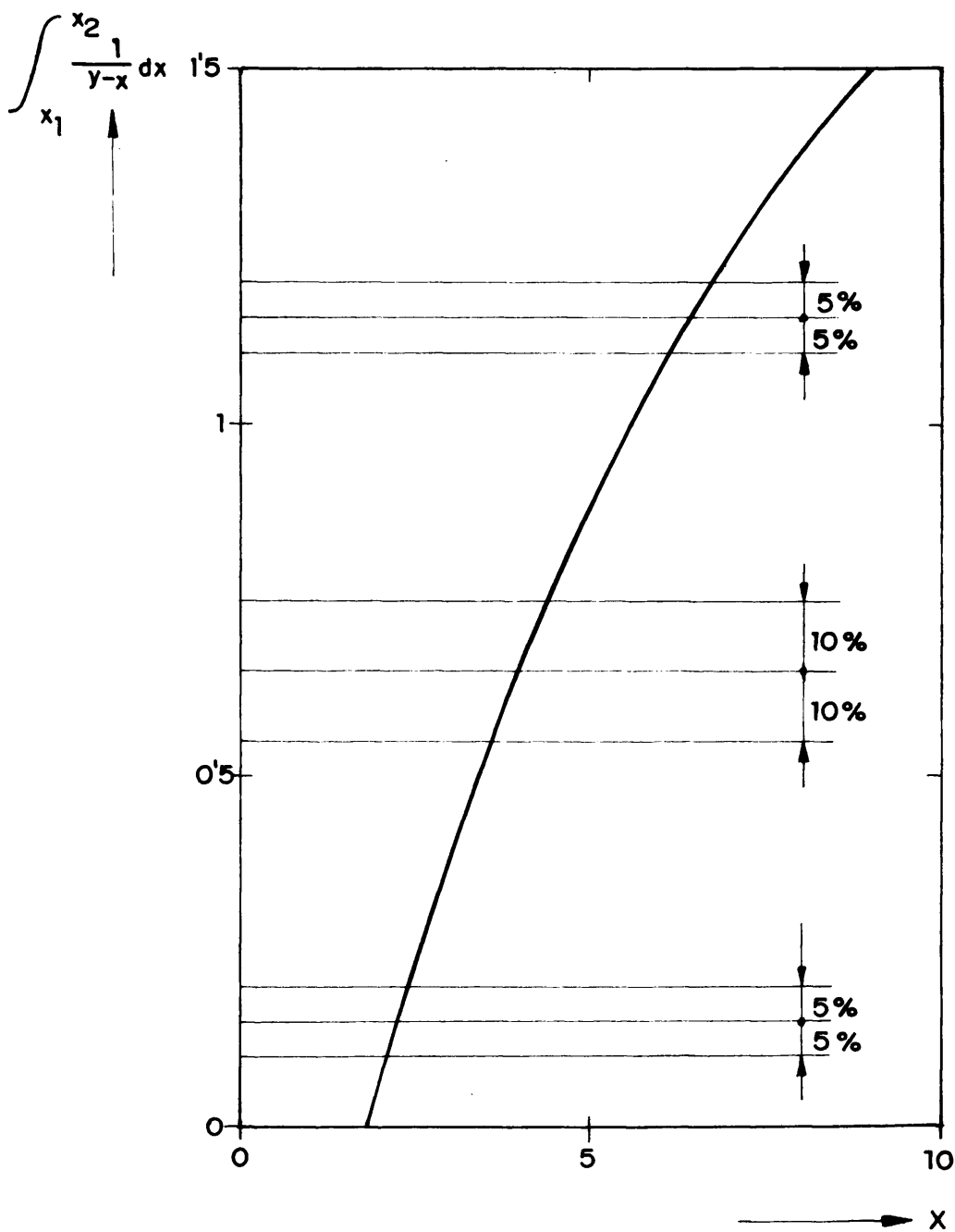


FIG. 4-28.-  $\int_{x_1}^{x_2} \frac{1}{y-x} dx = f(x)$  CLH-  $\text{SO}_4\text{H}_2$  (9 %)- $\text{H}_2\text{O}$ . 760mmHg.

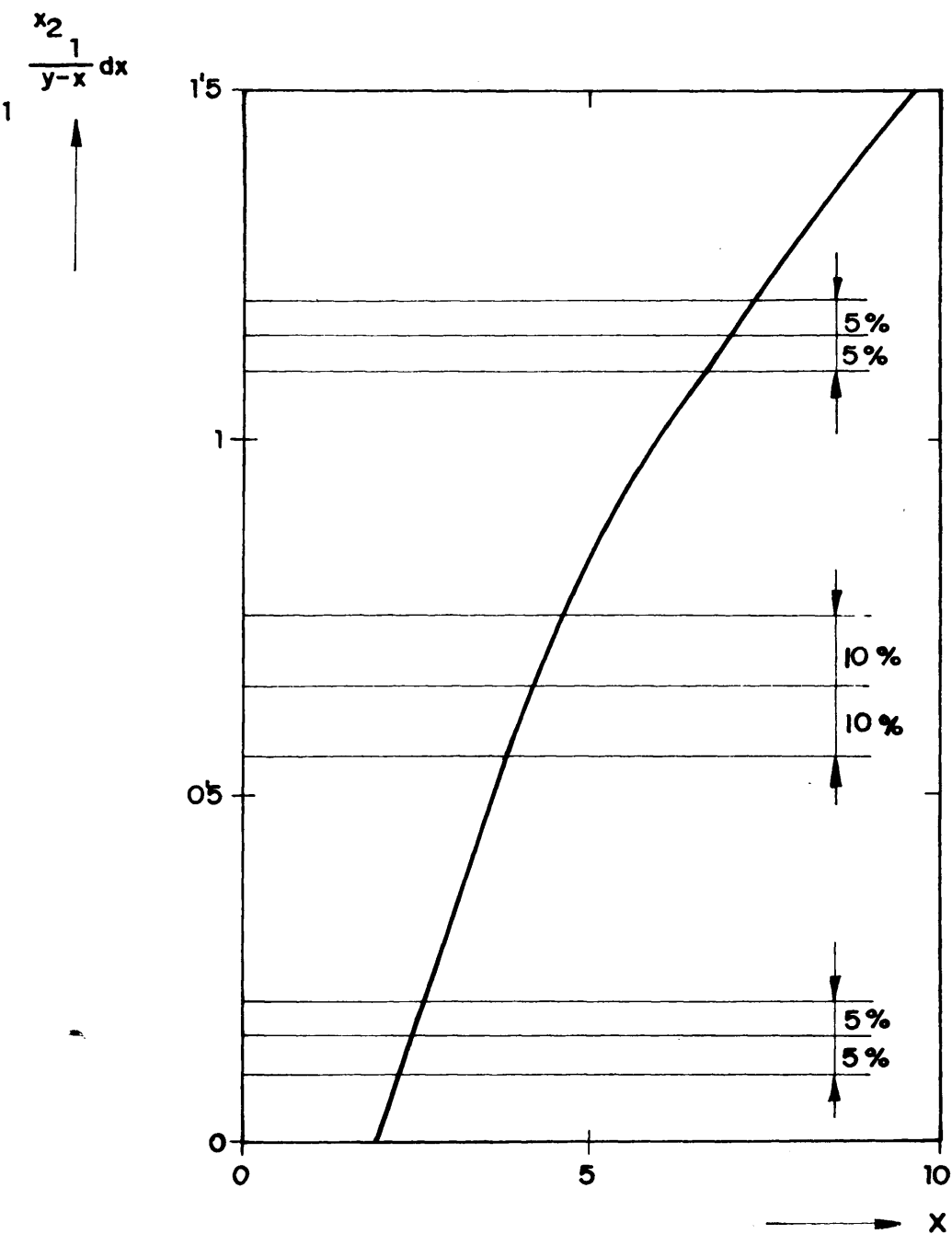


FIG. 4-29. -  $\int_{x_1}^{x_2} \frac{x_2}{y-x} dx = f(x)$  CLH-SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub>(9%)H<sub>2</sub>O. 100 mm Hg.



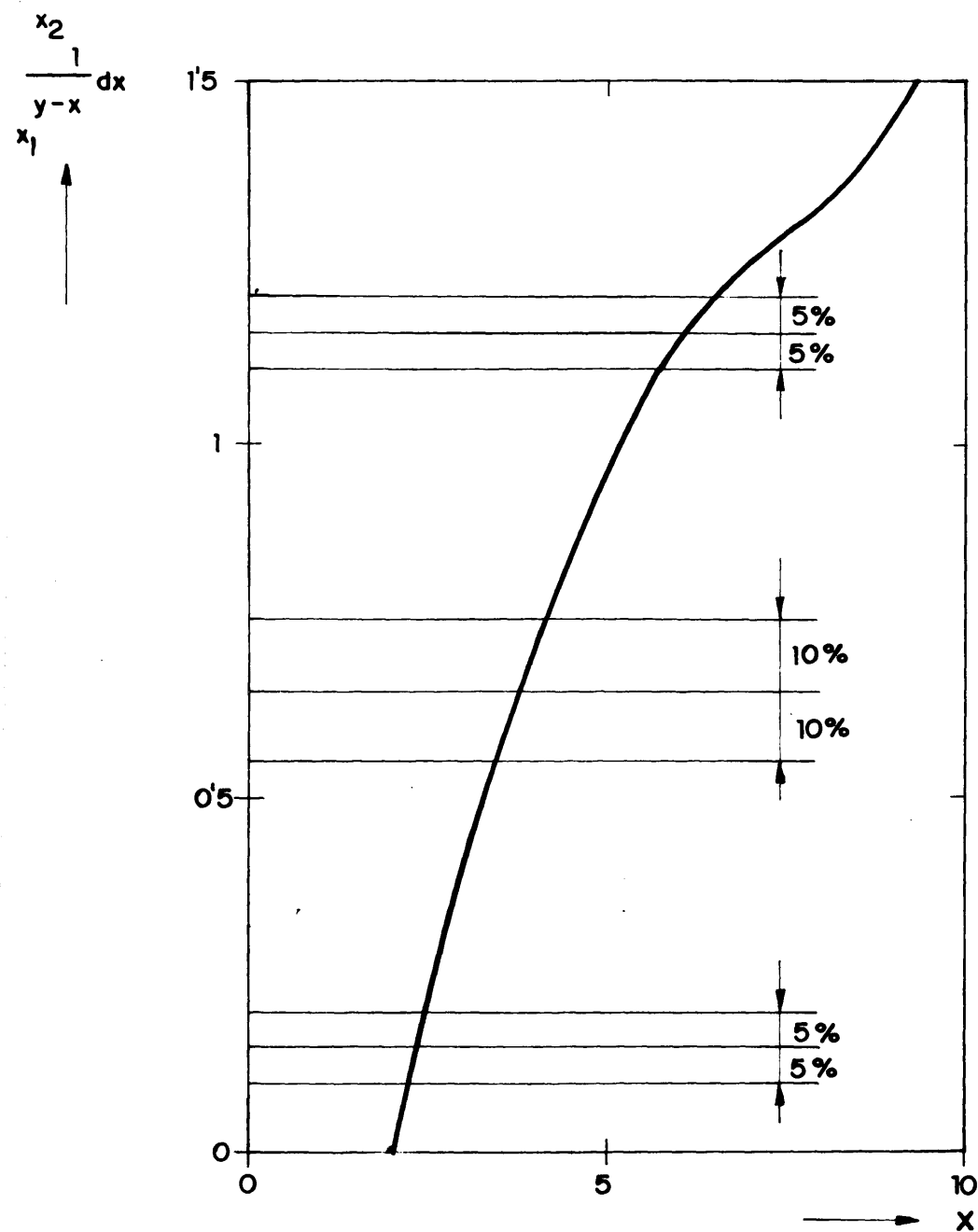


FIG. 4-30. —  $\int_{x_1}^{x_2} \frac{1}{y-x} dx = f(x)$  CLH-SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub>(17%)H<sub>2</sub>O. 710 mm Hg.

$$\int_{x_1}^{x_2} \frac{1}{y-x} dx$$

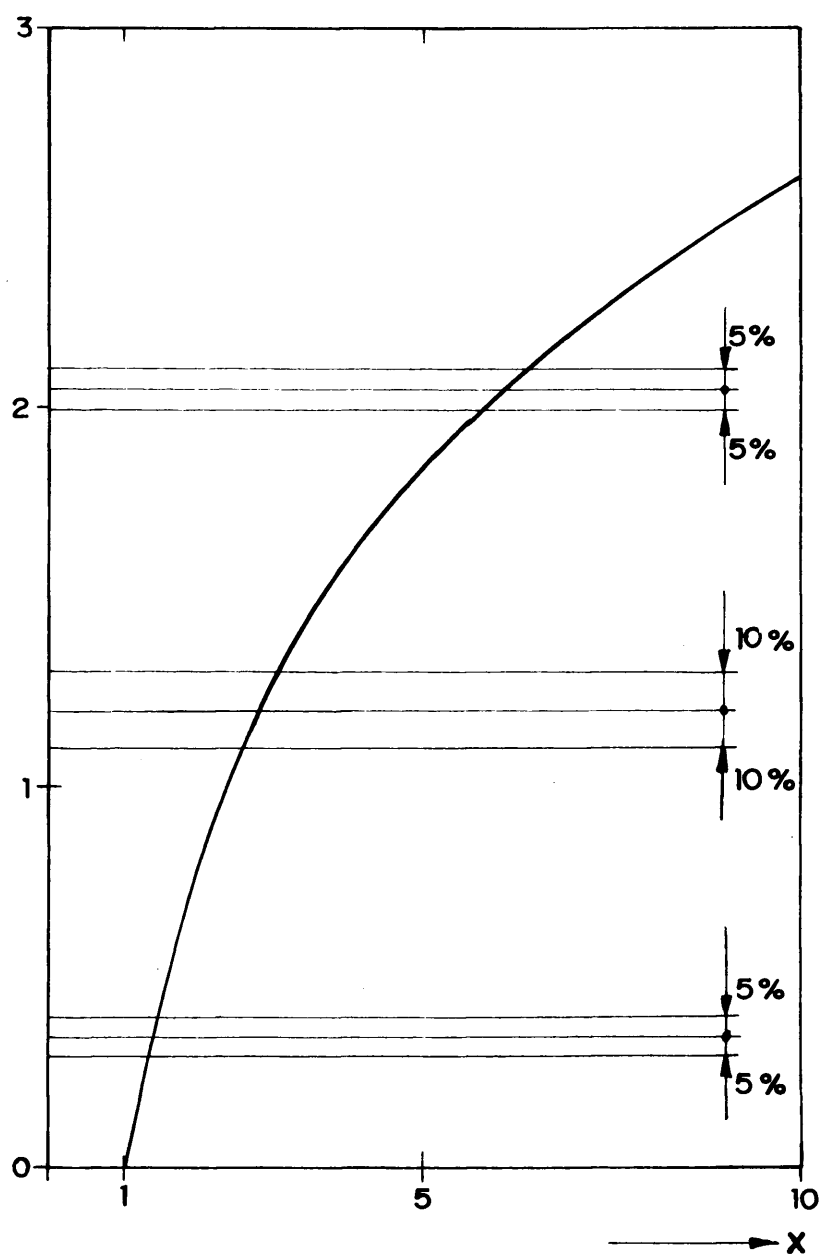


FIG. 4-31.-  $\int_{x_1}^{x_2} \frac{1}{y-x} dx = f(x)$ . CLH-SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> (17%)-H<sub>2</sub>O. 100 mm Hg.

## 5. ASPECTOS TEÓRICOS DEL CAMBIADOR DE CALOR DIRECTO CON VAPORIZACIÓN SÚBITA Y CONDENSADOR DE CONTACTO EN TUBO BAROMÉTRICO

### 5.1. INTRODUCCION

Con el fin de presentar desde el punto de vista teórico las variables de diseño y operación, en el cambiador de calor directo con vaporización súbita y condensador de contacto en tubo barométrico, a continuación se expone el estudio realizado, presentando en primer lugar el número de etapas, características del condensador barométrico y las condiciones de régimen estacionario cuando se producen en operación variaciones de los valores de las variables base de diseño.

En segundo lugar se dan una serie de consideraciones sobre el diseño mecánico como consecuencia del trabajo experimental efectuado.

### 5.2. CONCEPTO DEL CAMBIADOR

El cambiador de calor directo con evaporación súbita y condensador de contacto en tubo barométrico, acopla las etapas de evaporación súbita, superponiéndolas, para así conseguir una circulación simple de abajo hacia arriba, del fluido que se enfría. La presión en las etapas, para lograr la evaporación súbita, se establece mediante un condensador de contacto formado por un tubo barométrico, por el que circula de arriba hacia abajo el fluido que se calienta, que se conecta a las etapas de evaporación súbita a las alturas requeridas por la variación de temperatura que se desea tener en ellas, que definen a su vez la presión a que debe operar la cabeza del tubo barométrico.

En esta circulación simple de ambos fluidos y en la ausencia de superficie de separación se tiene las circunstancias que presentan a este tipo de cambiador de calor directo, como de interés para la recuperación de calor en sistemas con gran posibilidad de

incrustaciones, corrosión o erosión como las pulpas de minerales. En este último caso, los problemas debidos a la sedimentación pueden ser mínimos, ya que en las etapas de vaporización súbita se tiene una agitación fuerte, motivada por ella y en el condensador barométrico, el flujo del fluido, se efectúa en el mismo sentido en que tiene lugar la sedimentación.

### 5.3. DETERMINACION DEL NUMERO DE ETAPAS DE VAPORIZACION SÚBITA Y PRESION DE OPERACION DEL CONDENSADOR BAROMETRICO

El balance de calor en el cambiador, establece que la cantidad de calor transmitida es igual al sumatorio de las cantidades de agua evaporada,  $F_e$ , en cada etapa, multiplicados por el calor latente del agua,  $H$ , en las condiciones de operación en cada una de ellas. Esto es:

$$Q = \sum_0^n F_{si} \cdot H_i \quad (5-1)$$

El balance de calor total en el cambiador puede escribirse en la forma siguiente:

$$\begin{aligned} F_e \cdot c_e \cdot T_e &= (F_e + \sum_0^n F_s) \cdot c_e \cdot T_s = \\ &= (F_c + \sum_0^n F_s) \cdot c_s \cdot t_s - F_c \cdot c_s \cdot t_e \end{aligned} \quad (5-2)$$

siendo  $F_e$  y  $F_c$  los caudales de fluido caliente y frío que entran en el cambiador,  $c_e$  y  $c_s$  sus respectivos calores específicos y  $T_e$ ,  $t_e$  y  $T_s$ ,  $t_s$  las temperaturas de entrada y salida en el cambiador.

Cuando la variación de temperatura no es grande, el balance anterior puede simplificarse en una primera aproximación así:

$$F_e \cdot c_e \cdot (T_e - T_s) \cong F_c \cdot c_s \cdot (t_s - t_e) \quad (5-3)$$

En cada una de las etapas de evaporación súbita y la zona del condensador barométrico a que está conectada, puede establecerse el balance de calor dado en forma idéntica.

Para determinar el número de etapas y las características del condensador barométrico, a continuación se plantea el problema en el caso de validez general, esto es, una solución acuosa en la que la tensión de vapor del agua se ha modificado por la presencia de compuestos disueltos. En el condensador se puede utilizar una solución de las mismas características o agua. Estas circunstancias, habrán de tenerse en cuenta al considerar los valores de los calores específicos, y la condensación del vapor porque puede estar recalentado frente a la fase líquida que lo condensa.

Aunque es posible plantear el funcionamiento de las etapas de evaporación súbita con variaciones de temperatura diferentes en cada etapa, para conseguir la operación de las mismas en forma fluidodinámica más parecidas, se establece el criterio previo de que los  $\Delta t$  etapa sean en todas las etapas iguales, y así las evaporaciones prácticamente también lo serán y por lo tanto, también las velocidades del vapor en las etapas serán del mismo orden, si la variación de temperatura en el cambiador no es grande.

Las condiciones para definir en forma correcta la operación idéntica de las etapas se tratará posteriormente.

En la figura 5-1 se ha representado en un mismo diagrama, la recta de Dühring para la solución, la presión de vapor del agua en mm. de Hg, esta misma presión de vapor en mm. de solución y el balance de calor en cada etapa y total.

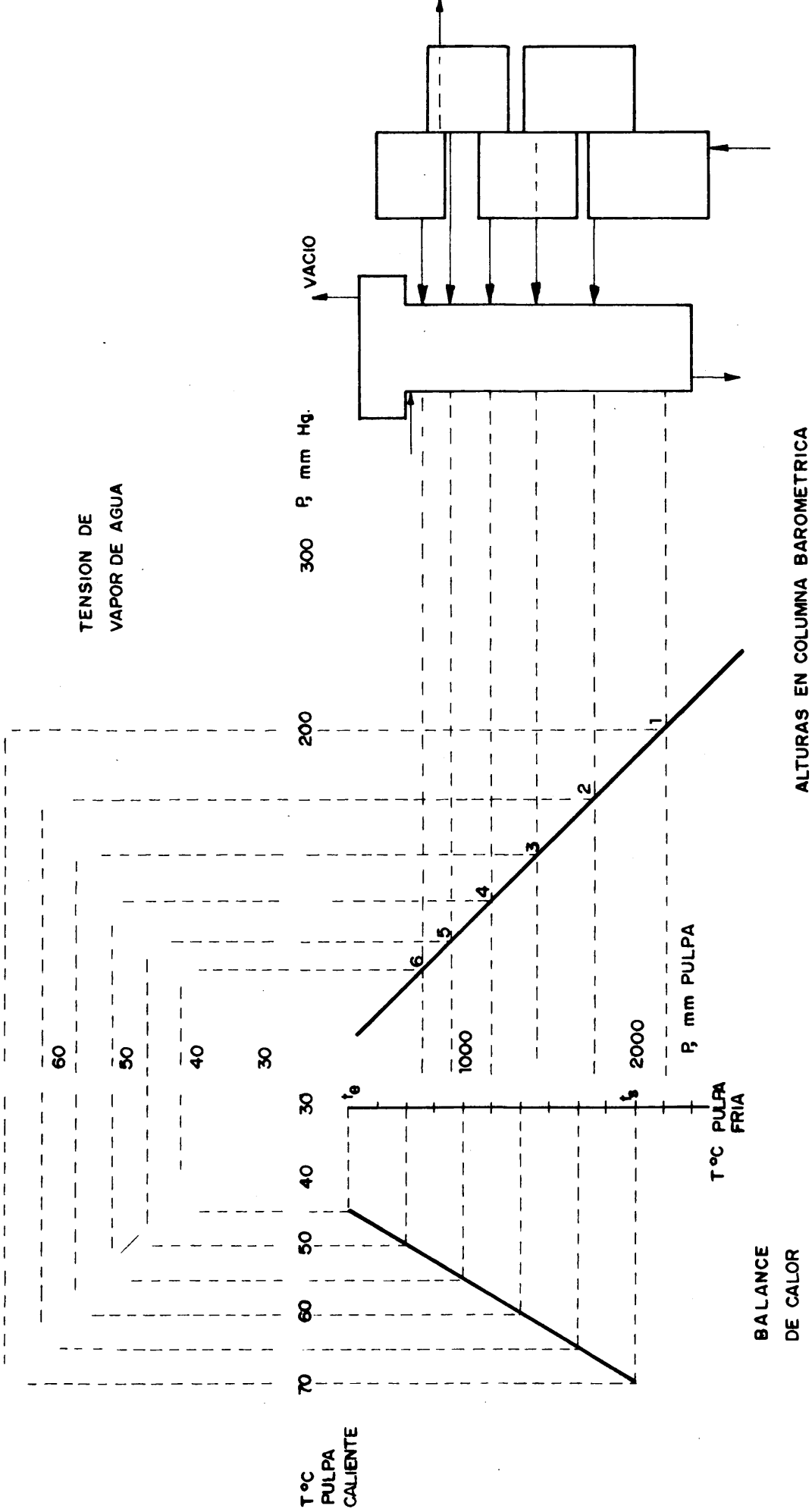


FIG. 5-1.- DE DETERMINACION DE LA ALTURA DE LAS ETAPAS Y BALANCE DE CALOR

Se fija el salto de temperatura  $T_e - T_s$  para la solución caliente que se desea enfriar, así como el número de etapas de vaporización para la solución. Así se definen las temperaturas del agua a las que ésta tiene una presión de vapor igual a la de la solución. Es inmediato la determinación de su valor y la del salto de altura que se ha de tener entre dos etapas de evaporación contiguas.

El balance de calor de cada etapa, una vez establecido el balance total, se representa en la parte inferior izquierda de la figura y permite dejar claramente definidas las temperaturas que corresponden a cada una de ellas.

Dicho balance, realizado en forma rigurosa no está representado graficamente por una recta, sino por una línea quebrada formada por los tramos rectos que definen el balance térmico en cada etapa. Para fijarla sobre el diagrama que representa la variación de temperatura en cada etapa y a partir de este valor calcular las evaporaciones  $F_s$  en cada una de ellas, teniendo en cuenta el calor latente a la presión y temperatura a que operen.

Mediante el diagrama de etapas representado en la figura 5-1 fácilmente se comprende la definición de la relación.

$$\left( \frac{F_e \cdot c_e}{F_c \cdot c_s} \right)_{i, n} \quad (5-4)$$

en la etapa  $i$ , de un conjunto de  $n$  etapas, que fija el valor de la pendiente de la recta que une los puntos  $(T_e, t_s)_i$  y  $(T_s, t_e)_1$ :

$$\left( \frac{F_e \cdot c_e}{F_c \cdot c_s} \right)_{i, n} = \frac{F_e \cdot \sum_{n=1}^i F_s}{F_c + \sum_{i=1}^n F_s} \quad (5-5)$$

Sobre el diagrama se traza la línea quebrada utilizando como punto de referencia el definido por la temperatura de salida del cambiador del fluido caliente  $T_{s, n}$  y la temperatura de entrada del fluido frío  $t_{e, n}$ . A partir de la etapa  $n$ , se prosigue la construcción utilizando las pendientes calculadas mediante (5-5). En esta forma se ha

construido el diagrama de la figura 5-2.

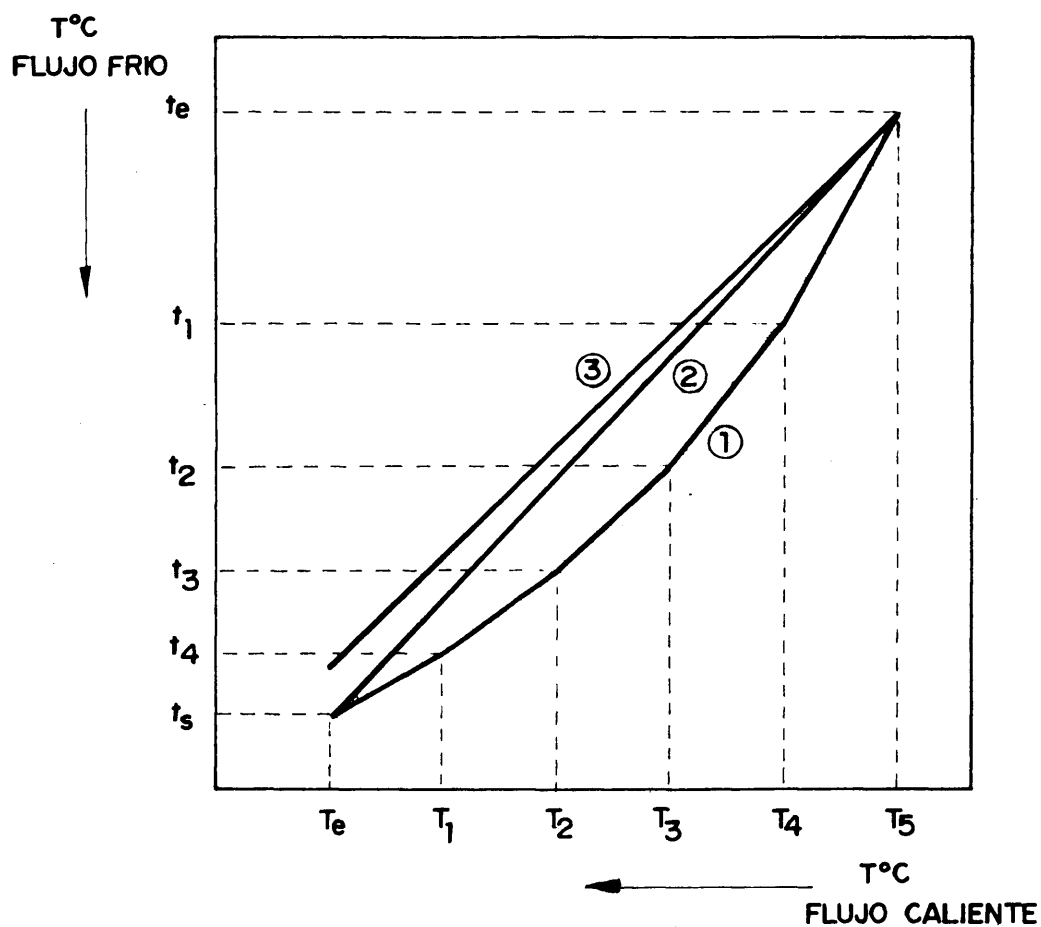
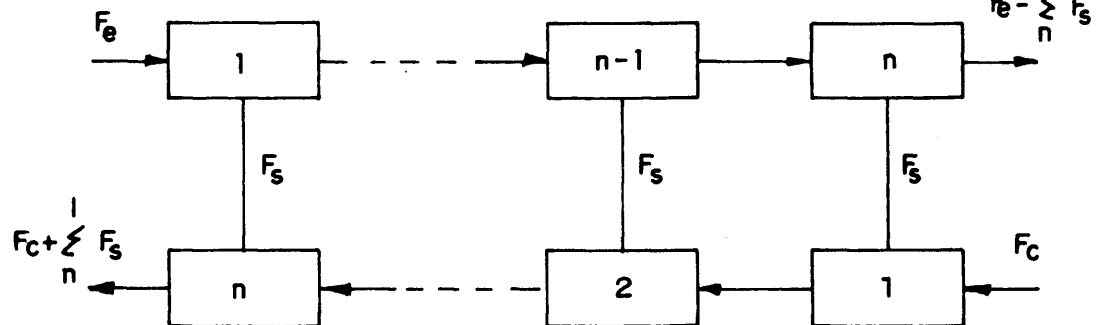
Cuando la instalación opere en forma tal que no se alcance equilibrio térmico entre las dos corrientes líquido y vapor que abandonan cada etapa de evaporación súbita, entonces la línea quebrada que representa el balance de calor se desplazará en la forma que opere la instalación y sólo se indica a título informativo.

Con la descripción realizada de la forma de conocer la presión en cada etapa, fácilmente se comprende que para conseguir las mismas condiciones fluidodinámicas en las cámaras de vaporización súbita ha de operarse mediante iteraciones. Con el calor latente y la presión y temperatura de cada etapa y el volumen específico del vapor en estas condiciones se puede calcular el volumen de vapor en cada etapa. Con estos valores se corrigen los  $\Delta t$  por etapa y se repite el cálculo hasta la coincidencia que se desee.

#### 1.4. DETERMINACION DE LAS CONDICIONES DE RÉGIMEN ESTACIONARIO, AL CAMBIARSE EN OPERACION LOS PARAMETROS DE PROYECTO

Definidas las características mecánicas del cambiador es posible plantear dos situaciones de variación de parámetros de operación, para las cuales el cambiador de calor llegará a unas nuevas condiciones de régimen. Puede considerarse la variación de los caudales o la variación de las temperaturas de entrada. Es evidente que también es posible la variación simultánea de ambas, pero esta situación puede tratarse considerando la forma en que se resuelven los dos casos indicados. Por último, tiene también interés el estudio de la posible variación, en operación, de la presión de cabeza en el condensador barométrico de contacto.





- 1.- BALANCE DE CALOR TEORICO.  $E = 100\%$
- 2.- BALANCE DE CALOR TEORICO. SIMPLIFICADO.  $E = 100\%$
- 3.- BALANCE DE CALOR PRACTICO.  $E < 100\%$

FIG. 5-2.- BALANCE DE CALOR

#### 5.4.1. Variación de caudales

El balance de calor tal como se ha planteado, dará una nueva distribución de temperaturas en el condensador y por lo tanto, una nueva temperatura de salida del fluido que se calienta (fig. 5-3). Las temperaturas en las cámaras, prácticamente serán las mismas, pues la variación de densidad de la columna de solución del fluido que se calienta en el condensador barométrico, prácticamente no influye.

La variación del caudal de fluido frío respecto del caliente tiene el límite fijado por la igualdad de temperaturas que anula toda posibilidad de transferencia de calor.

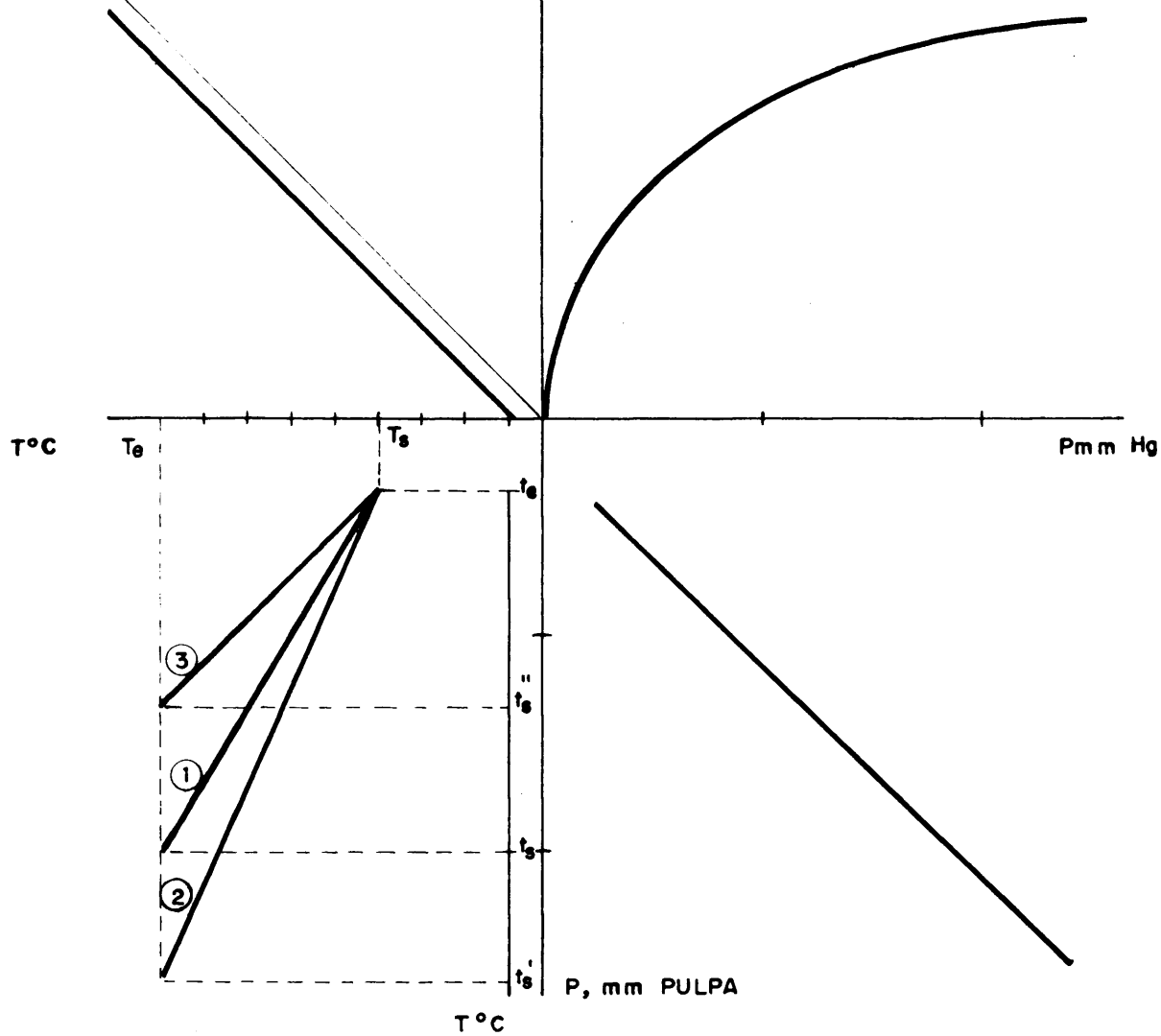
#### 5.4.2. Variación de la temperatura de entrada

En la figura 5-4 se han representado varios casos en los que se varía la temperatura de entrada del fluido caliente o la del fluido frío, en el primero es preciso modificar la presión de cabeza del condensador barométrico y en el segundo no, ya que prácticamente se tienen las mismas condiciones en 5-4-1, esto es, varía la temperatura en el condensador barométrico, pero no en las etapas de vaporización súbita.

Si la temperatura de entrada del fluido caliente crece, dada la variación de presión fijada por las distancias entre los tubos de llegada del vapor al condensador barométrico, su temperatura de salida fija una variación  $T_e - T_s$  más pequeña que la de proyecto.

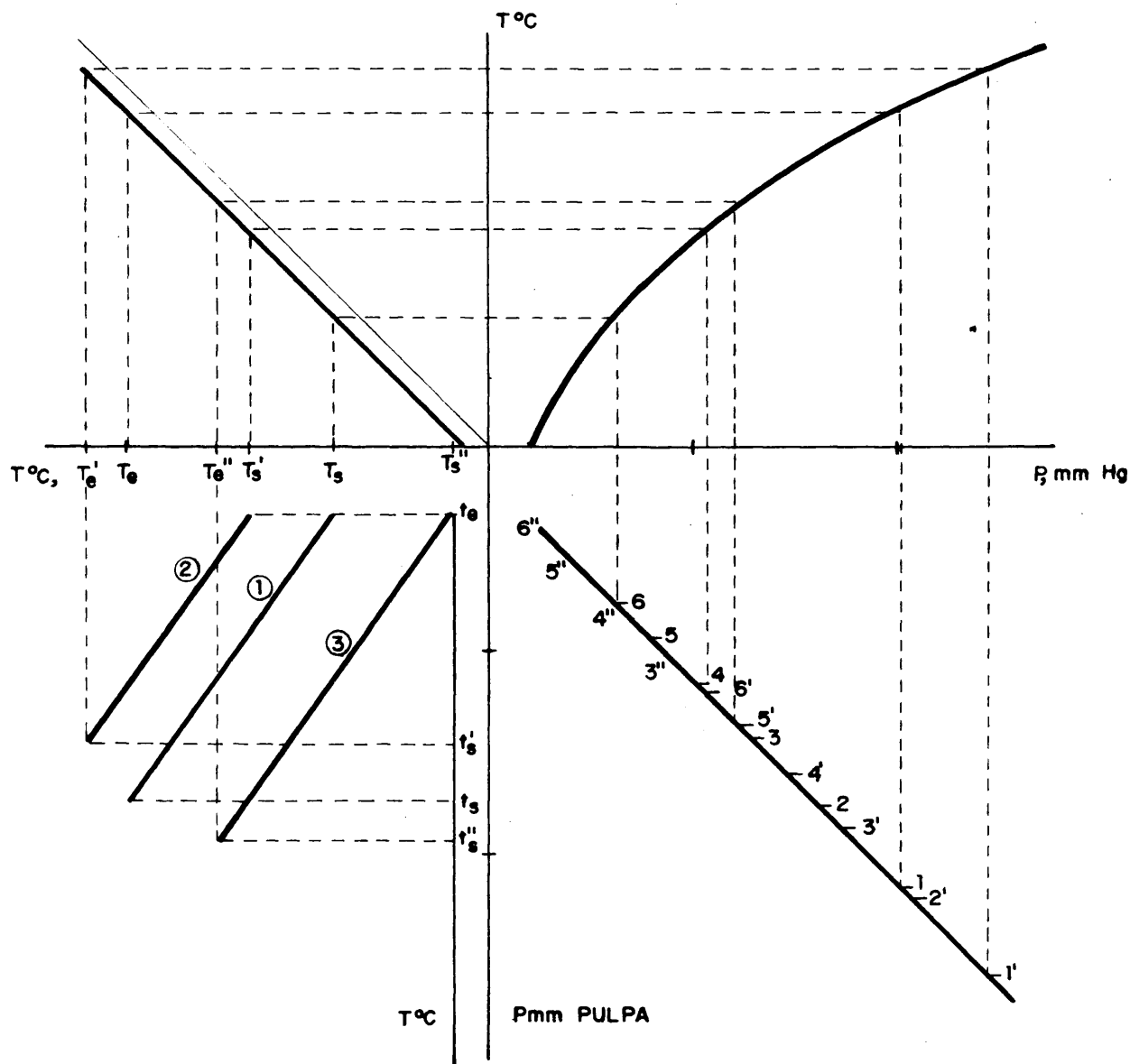
Si por el contrario, la temperatura de entrada del fluido caliente decrece, por el mismo razonamiento se llega a la conclusión de que la variación  $T_e - T_s$  es mayor que la de proyecto.

Como casos límites en ambas variantes, se tiene la posibilidad de que para un valor muy alto de  $T_e$  no opere prácticamente ninguna etapa porque los  $\Delta t$  correspondientes a cada etapa son muy pe-



1. BALANCE DE REFERENCIA
2. AUMENTO DEL CAUDAL DE ALIMENTACION CALIENTE O DISMINUCION DE ALIMENTACION FRIA
3. DISMINUCION DEL CAUDAL DE ALIMENTACION CALIENTE O AUMENTO DE ALIMENTACION FRIA

FIG. 5-3.- VARIACION DE CAUDALES



1. ( $T_0$ ) REFERENCIA CON LAS ALTURAS CALCULADAS EN LA COLUMNA
  2. ( $T_0'$ ) AUMENTO DE LA TEMPERATURA DE ENTRADA
  3. ( $T_0''$ ) DISMINUCION DE LA TEMPERATURA DE ENTRADA
- CAUDAL DE ALIMENTACION FRIA CONSTANTE

FIG. 5-4.- VARIACION DE LAS TEMPERATURAS DE ENTRADA DE LA ALIMENTACION CALIENTE

queños, o para un valor bajo de  $T_e$  dejen de operar una o varias etapas de evaporación súbita, porque las distancias entre los tubos de llegada de vapor al condensador barométrico son mayores que la variación posible de la presión de vapor de la solución sometida a evaporación súbita. En este caso es necesario la instalación de válvulas en las conducciones de vapor al condensador barométrico para, mediante su cierre, evitar el paso de fase líquida desde el condensador barométrico a las cámaras de evaporación súbita.

#### 5.4.3. Variación de la presión en la cabeza del condensador barométrico

En la forma gráfica en la que se ha expuesto el cálculo de todos los parámetros de funcionamiento del cambiador, está claro que sólo existe una presión posible de trabajo si se desea operar en unas determinadas condiciones de temperatura de entrada y salida y número de etapas, no obstante, es de interés analizar si es posible que el cambiador funcione variando la presión de cabeza del condensador barométrico por encima o debajo de las condiciones de régimen estacionario o calculadas.

Si la presión es menor, se producirán arrastres de fase acuosa desde las cámaras de evaporación súbita al condensador barométrico. Este aspecto se comprenderá mejor al considerar en los apartados próximos las características mecánicas de la instalación.

Si la presión es mayor deja de operar una, varias o todas las cámaras de evaporación súbita y no se tendrá el salto de temperaturas que se ha señalado para calcular la instalación. Este caso también produce paso de fase líquida entre el condensador barométrico y cámaras de evaporación súbita.

En cualquiera de los casos indicados lo que sucede es que el cambiador, dependiendo de sus condiciones de diseño mecánico, opera en condiciones incorrectas que tienden a producir mezcla entre las corrientes de fluido caliente y frío.

## 5.5. CARACTERISTICAS GEOMETRICAS DE LAS ETAPAS DE VAPORIZACION Y DEL CONDENSADOR BAROMETRICO

### 5.5.1. Dispositivo "Clementina"

El dispositivo "Clementina", descrito en la introducción, es conceptualmente simple. Las etapas de evaporación súbita se superponen formando una columna y la conexión entre ellas se efectúa mediante tubos barométricos de longitud adecuada, al salto de temperatura que se quiera obtener entre etapas. En cada etapa ha de existir una cámara de vapor para que éste pueda separarse del líquido y salir así hacia el condensador barométrico por una conducción adecuada.

Esta simplicidad hace que se presenten una serie de limitaciones que reducen sus posibilidades de operación a pequeños caudales o a intervalos de temperatura correspondientes a temperaturas altas. Estas limitaciones son las siguientes:

Para conseguir que las cámaras de evaporación súbita presenten espacio amplio para el vapor, es preciso que en el condensador barométrico la distancia entre las entradas de los tubos que conducen vapor de las etapas contiguas sea inferior a la distancia entre etapas. Así el nivel del líquido en las etapas baja respecto de su techo y se dispone de espacio para que el vapor pueda salir sin arrastres de líquido, siempre naturalmente, que su velocidad sea pequeña.

La evaporación súbita en los tubos de ascensión entre etapas se produce con oscilaciones que modifican el nivel de líquido en la etapa y hacen aparecer salpicaduras en la cámara de vapor y por lo tanto, aún con velocidades de vapor pequeñas se pueden tener arrastres. Estos arrastres pueden suprimirse si en el conductor de vapor al condensador se montan unas trampas de gotas adecuadas con retorno a la etapa.

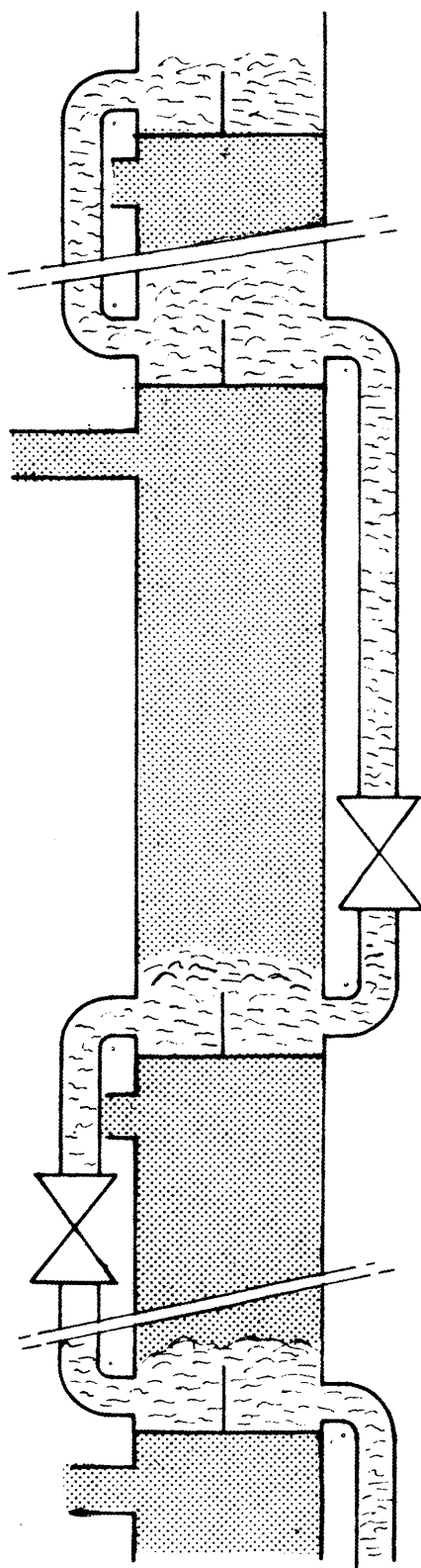
Cuando los caudales de operación del cambiador crecen, la salida de vapor de la cámara ha de realizarse por varios puntos, pues por uno sólo se pueden precisar diámetros superiores a la altura del espacio de vapor de la etapa. La salida por varios puntos complica mecánicamente el diseño y no resuelve además el problema de aumento de velocidad de vapor en la cámara y por tanto las posibilidades de arrastres.

Cuando este dispositivo se estudio para hacerlo operar en un diagrama de flujo de lixiviación a presión en el qué se superan los 100°C, los inconvenientes indicados desaparecen. La variación de la tensión de vapor de la fase líquida en la pulpa define distancias entre etapas que hacen posible la existencia de cámaras amplias para la separación del líquido arrastrado en la zona de vaporización súbita por el vapor.

Tanto el condensador barométrico como la columna de cámaras de vaporización súbita pueden alcanzar alturas grandes. Se superarán fácilmente los 10 ó 20 m. Para reducir esta altura en el caso de la columna se puede intercalar válvulas en los tubos de ascensión entre etapas (fig. 5.5), y el condensador barométrico se puede fraccionar en tramos intercalando bombas (fig. 5.6), para conseguir la circulación con el aumento de presión adecuado al tramo de condensador barométrico sustituido.

#### 5.5.2. Dispositivos que se proponen como consecuencia del trabajo experimental efectuado

Teniendo en cuenta las limitaciones expuestas del dispositivo "Clementina", se estudiaron diferentes modificaciones con el fin de ampliar a caudales mayores la posibilidad de operación en un dispositivo análogo, cuando la variación de temperatura con que se desea operar corresponde a un intervalo de presiones de vapor bajas. Se consideró como base para realizar las modificaciones:



VALVULA DE  
REGULACION  
DE PRESION

5-5.- COLUMNA DE CAMARAS EN LIXIVIACION A PRESION



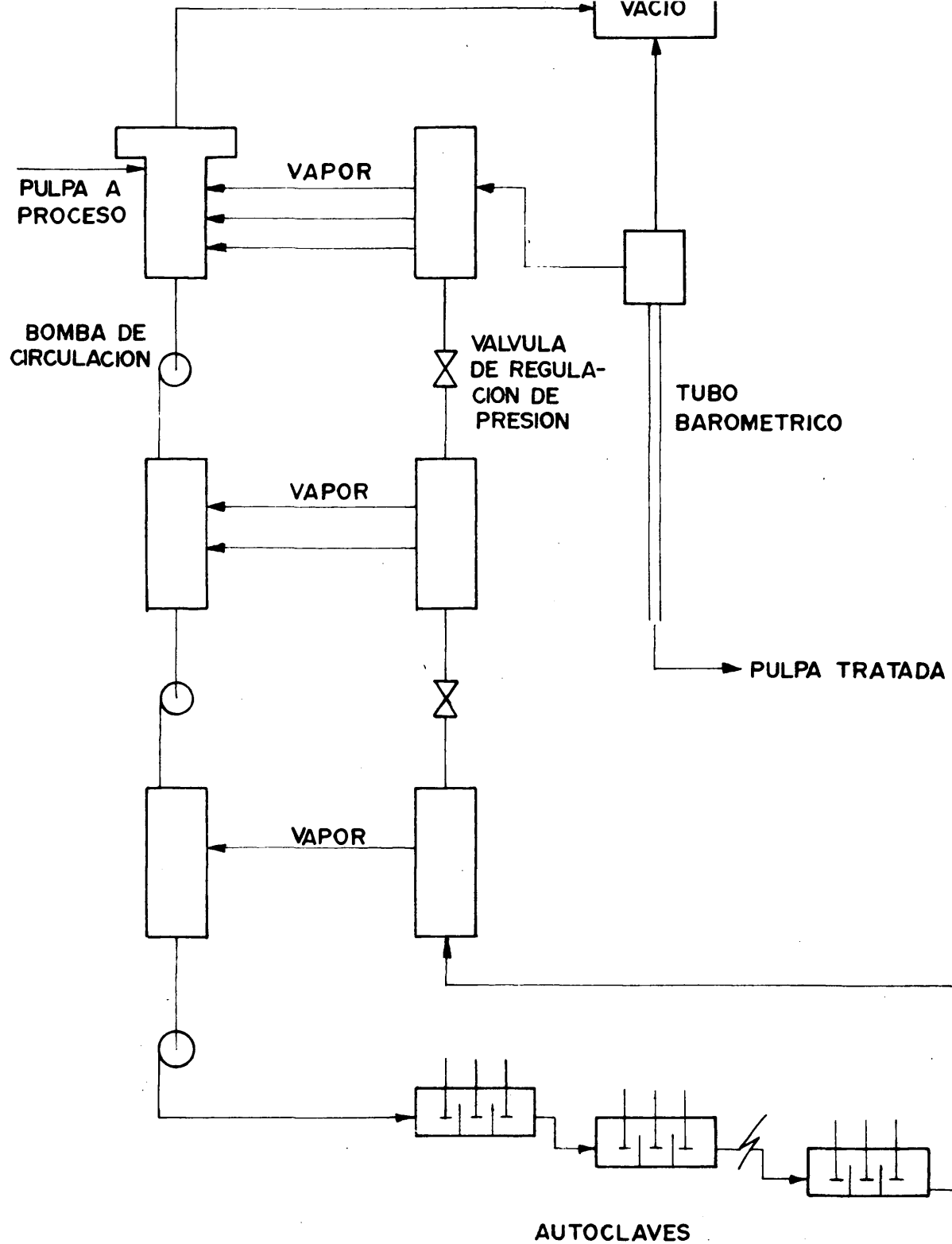


FIG. 5-6.- DIAGRAMA PARA UNA INSTALACION DE LIXIVIA-  
CION A PRESION

a) Mantener una forma de circulación simple tanto en cámaras, como en el condensador, haciendo operar al sistema como un conjunto de dos columnas barométricas.

b) Aumentar el tamaño de la etapa de evaporación súbita, para que la cámara de vapor pueda ser mayor, disminuir las posibilidades de arrastres y aumentar el valor de la velocidad de inundación.

En la figura 5-7 se da un esquema de la variante que se considera realizable teniendo en cuenta los dos aspectos citados. Con la distribución en escalera de las cámaras es posible que el espacio asignado en la etapa al vapor pueda ser tan grande como se desee. La salida de la cámara del vapor se puede hacer por una conducción de diámetro adecuada a la presión a la que opera la etapa y de esta conducción al condensador barométrico se puede hacer llegar mediante un haz de tuberías en paralelo, provistas de orificios. Estos orificios estarán situados en la zona inferior de los tubos para que se pueda eliminar el fluido del condensador barométrico, cuando penetre en el tubo que distribuye el vapor. Cuando el número de etapas es grande entonces el acceso al condensador barométrico no es simple, pues pueden quedar muy alejadas. Una solución posible se tiene distribuyendo las etapas alrededor del condensador tal como se indica en las figuras 5-8 y 5-9. En el caso de que los  $\Delta$  con que operan las etapas correspondan a variaciones grandes de altura entre etapas, no existe problema de montar las etapas en forma de escalera de caracol, pero si se tiene variaciones de altura pequeña entonces habrá que desplazar en forma conveniente las cámaras.

El condensador barométrico puede llegar a tener una sección transversal grande por las dimensiones que han de tener los tubos que distribuyen el vapor que condensa. Para evitar la posible formación de corrientes de convección en su interior que podrían introducir oscilaciones en la operación de las cámaras al no condensarse el vapor en la zona en que llega, se puede distribuir en cá-

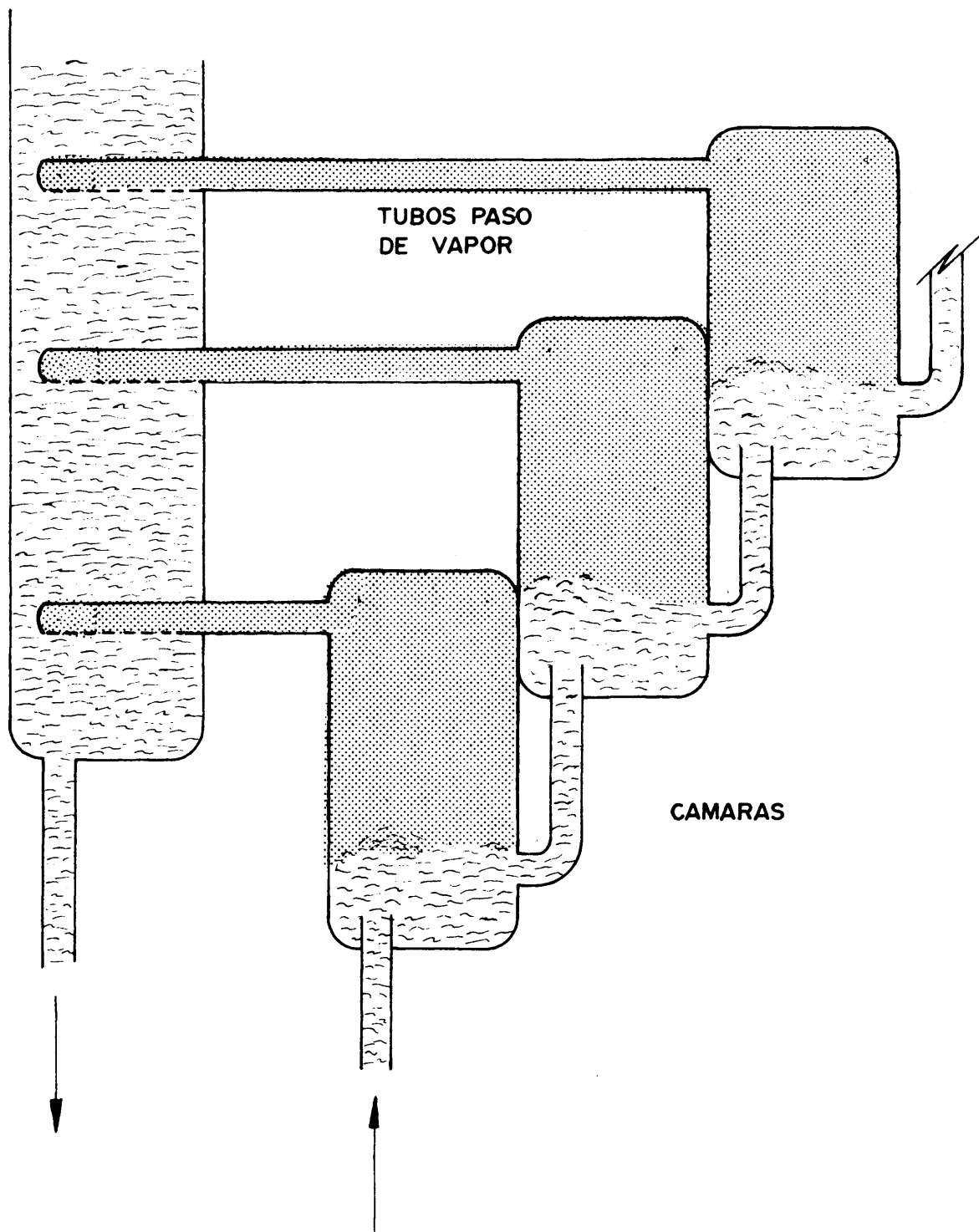


FIG. 5-7.- DISTRIBUCION DE LAS CAMARAS EN ESCALERA

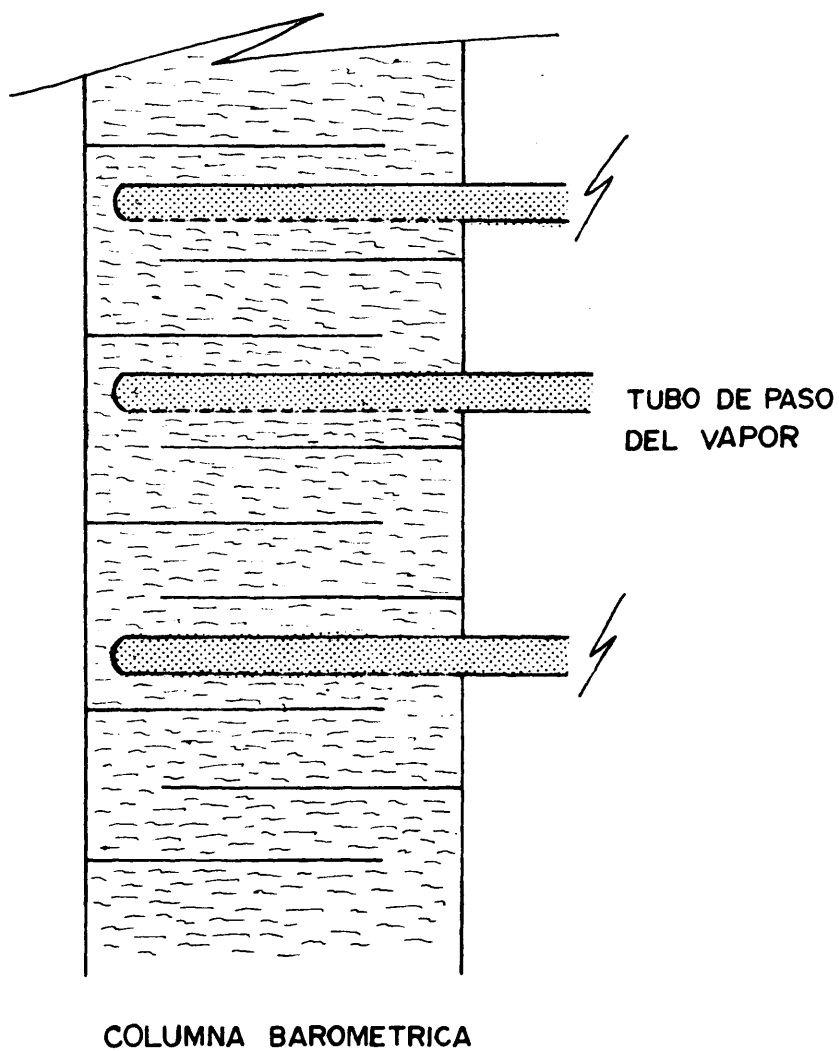


FIG. 5-9.— DISTRIBUCION DE LA COLUMNA BAROMETRICA

maras tal como se indica en la figura 5-10.

5.5.2.1. Caudales prácticos en los tubos  
barométricos y en los tubos de unión  
entre cámaras de vaporización súbita

Si se fija como criterio que la pérdida de presión debida a la fricción en los tubos barométricos, se exprese como una función de la longitud del tubo barométrico, inferior al 1%, y se desprecia la energía cinética del fluido, pues al llegar a la superficie superior del líquido en los tubos barométricos, aporta parcialmente esta energía, se puede utilizar la ecuación de Fanning escrita en la forma siguiente:

$$X = f \frac{L}{D} \frac{u^2}{2g} \quad (5.6)$$

en la que X es la pérdida de presión en función de la longitud del tubo barométrico, y f:

$$f = 0.023 (Re)^{-0.2} \quad (5.7)$$

De ambas ecuaciones, en el caso del agua, se puede llegar a:

$$u = 197 \cdot X^{0.55} \cdot D^{0.66} \quad (5.8)$$

Esta expresión permite obtener la ecuación para el cálculo del caudal, que expresada en m<sup>3</sup>/h. resulta:

$$G = 5.57 \cdot 10^5 \cdot X^{0.55} \cdot D^{2.66} \quad (5.4)$$

En la tabla 5.5.1. aparece el valor del caudal para distintas pérdidas de presión y diámetro de conducción.



TABLA 5.5.1. VALORES DEL CAUDAL

% pérdida de presión	0.1	0.2
D, m.	$X = 0.001$	$X = 0.002$
0.10	27	39
0.20	169	253
0.30	498	743
0.40	1072	1597

En el caso de que no fuese despreciable el término energía cinética la tabla anterior valdría duplicando, en el peor de los casos, los términos pérdida de presión.

#### 5.5.2.2. Velocidades prácticas del vapor en las cámaras de vaporización súbita

Se puede fijar como criterio elegir velocidades próximas a las que se tienen en las columnas de platos de borbotee, y por lo tanto, se pueden estimar valores entre los 0,5 y 1,0 m/seg. La distancia entre la superficie del líquido y la salida del vapor debe superar los 60 cm. y la salida del vapor por los tubos que le conducen al condensador barométrico, debe estar provista de placas deflectoras para la eliminación de las gotas, que eventualmente pueden arrastrarse.

Las velocidades en los tubos que conducen al vapor al condensador barométrico, según la presión, estarán comprendidas entre los 10 m. y 20 m/seg., debiéndose comprobar que las pérdidas de presión son despreciables una vez conocidas las condiciones de operación de cada etapa.

Las velocidades en los orificios de



distribución de vapor en el condensador barométrico pueden elegirse con un criterio análogo al seguido para obtener las velocidades en los tubos.

#### 5.5.2.3. Características de los compartimentos del condensador barométrico

En el condensador barométrico, los compartimentos que separan las zonas de llegada del vapor de las diferentes etapas, deben de evitar la posibilidad de mezcla entre los líquidos que las llenan. Los orificios del haz de tubos que distribuye el vapor en cada uno de ellos, estarán alejados de la entrada y salida de líquido en el compartimento y la llegada del vapor tendrá que hacerse en la zona inferior de los tubos, para que éstos puedan vaciarse con la presión del vapor cuando se ponga en operación el cambiador de calor. La distancia entre los tubos y las paredes de los compartimentos del condensador ha de ser la suficiente para que la pérdida de presión en el flujo del líquido sea prácticamente despreciable.

#### 5.5.2.4. Características del depósito base en los tubos barométricos

Los depósitos situados en la base de los tubos barométricos que sirven para que se tanga cierre hidráulico del sistema, estarán divididos en dos compartimentos, separados por un vertedero de altura regulable, para que se pueda modificar el nivel del líquido en la cámara superior del condensador barométrico, así como en las cámaras de vaporización súbita a las que esté unido.

El primero de los compartimentos a los que llega el tubo barométrico, es el que está prácticamente lleno y el segundo prácticamente vacío. El retenido del condensador barométrico o de las cámaras de vaporización súbita a que estuvieran unidos, fijará el retenido máximo del segundo compartimento, ya que en una parada o en el momento en que el vacío se anula, las cámaras o el condensador barométrico se vaciarán sobre este segundo compartimento.



## 6. RESUMEN GENERAL Y CONCLUSIONES

### 6.1. RESUMEN GENERAL

Dado que la bibliografía que describe cambiadores de calor para pulpas minerales es muy limitada, se consideró de interés iniciar un programa de trabajo destinado a la obtención de datos básicos de diseño en este campo. En una de las líneas de este plan de trabajo, que es la que se presenta en esta Tesis Doctoral, se abordó el estudio de un cambiador de calor de contacto directo con vaporización súbita utilizando como base la información escasa existente sobre un procedimiento de desalinización de agua de mar por el mencionado sistema de vaporización y conocido en la bibliografía como "dispositivo clementenia".

En este dispositivo se somete al agua de mar a vaporizaciones súbitas sucesivas en etapas en serie, donde cada una de ellas tiene una presión superior a la que la precede. El vapor así producido se condensa sobre aceite, para después separarlo como agua desalinizada.

El estudio efectuado se realizó en cuatro partes, tres de ellas experimentales y la última consecuencia de las anteriores, de carácter teórico, permite definir claramente los parámetros de proyecto del cambiador de calor.

En la primera de ellas se estudia la vaporización súbita en una sola etapa, experimentándose primero con agua y después con pulpa a diferentes concentraciones, para así conocer la importancia relativa de las distintas variables como temperatura de entrada, caudal de alimentación, diferencia de temperatura entre la entrada y salida de la cámara, diámetro del tubo vertical, profundidad de este en la cámara etc. ... así como distintos fenómenos tales como agitación mediante aire, sedimentación de la pulpa y



arrastres producidos por la vaporización.

Es conveniente hacer resaltar que mientras que en el caso de desalinización el problema de los arrastres de gotas de agua por el vapor es fundamental, ya que supone la contaminación del agua desmineralizada, en el caso de pulpa, la importancia es mínima, debido a que en último extremo implica la recirculación otra vez a proceso de una pequeña fracción de la pulpa tratada en el proceso de lixiviación.

En la segunda parte del trabajo se utilizó una instalación de vaporización súbita en etapas, formada por dos columnas, una de ellas, en la que se enfriaba la alimentación caliente, compuesta por cinco cámaras, cada una de ellas de distinta altura y sometida a una presión diferente. Esta presión estaba regida por la segunda columna, que trabajaba inundada, y unida a la anterior por los tubos que conducían el vapor producido en las distintas cámaras. De esta manera, fijada la presión en la cabeza de la columna barométrica, quedaba también determinada en cada etapa.

Se estudió aquí la recuperación de calor en función de todas sus variables de operación, así como el diseño mecánico para un funcionamiento correcto. En esta instalación se trató de adquirir también una comprensión mejor de la forma en que opera el cambiador, ya que teóricamente es difícil de evaluar la importancia relativa de los parámetros de diseño.

Dado que en un proceso de beneficio de minerales por vía hidrometalúrgica las pulpas ya atacadas contienen reactivos químicos, algunos de ellos ácidos relativamente volátiles, se consideró de interés estudiar su comportamiento en el transcurso de las vaporizaciones súbitas que tienen lugar en el cambiador de calor.

Se determinó experimentalmente los datos de equilibrio líquido-vapor para distintas mezclas de ácidos y a diferentes presiones de trabajo. Mediante estos datos de equilibrio, se efectuaron los

cálculos que permiten evaluar el valor de las cantidades de componentes volátiles que destilaran en cada vaporización súbita. Su importancia es pequeña desde el punto de vista de recuperación de reactivos, sin embargo, sí es de gran interés en lo que se refiere a los materiales de construcción que se empleen en los conductos de vapor y en el sistema barométrico de condensación.

En la última parte se estudia desde un punto de vista teórico el funcionamiento del cambiador de calor. Teniendo en cuenta las dificultades encontradas en la operación del cambiador de calor descrito en la segunda parte del trabajo, se intentó simplificar la descripción de la forma en que opera y se llegó a una representación gráfica de los parámetros que definen el funcionamiento conjunto de las cámaras de vaporización súbita y el condensador barométrico.

Este diagrama reúne simultáneamente la definición de la presión de vapor de la solución que se enfria y se calienta, mediante rectas de Dühring y presión de vapor del agua, así como distancias reales entre los tubos de llegada de vapor al condensador barométrico, una vez que se estipule un determinado número de etapas. En esta definición gráfica se incluye también el balance de calor por etapa y total.

Mediante esta representación se definen claramente tanto los parámetros de diseño como en operación las variables que pueden modificarse y las que son invariables.

Como complemento de este estudio teórico se establecen las bases a tener en cuenta en el proyecto del cambiador proponiendo soluciones posibles para operar con variaciones pequeñas de presión de vapor con valores absolutos de la presión bajos y para variaciones amplias con valores absolutos de la presión también altos.

## 6.2. CONCLUSIONES

El resultado de la investigación desarrollada, tanto experimental como teórica, permite establecer las siguientes conclusiones:

1ª) La vaporización súbita para saltos de temperatura inferiores a tres grados centígrados, transcurre de forma muy irregular. Para saltos superiores, aun existiendo sobrecalentamientos, la vaporización se presenta de forma más regular.

2ª) Cuando la vaporización súbita se efectúa con pulpas, a medida que crece la concentración de sólidos, los problemas de sobrecalentamiento disminuyen. En este caso también debe sobrepasarse el valor límite de 3 grados como salto mínimo de temperatura en la etapa.

3ª) No se ha encontrado dependencia entre los caudales de alimentación y el equilibrio térmico en las cámaras de vaporización súbita. Dadas las dimensiones de la cámara este aspecto no debe generalizarse a cámaras grandes.

4ª) La posibilidad de favorecer la ebullición mediante una corriente de aire, con caudal bajo que, desde el punto de vista de la condensación del vapor, no ofrecería problemas en el condensador barométrico, disminuye la posibilidad de equilibrio térmico en las etapas.

5ª) En la vaporización súbita de pulpas, al ser más estable la forma en que tiene lugar la evaporación, los arrastres mecánicos de fase líquida disminuyen.

6ª) En la vaporización súbita de pulpas en las que se utilizan ácidos, como el nítrico o el clorhídrico, la transferencia de ácido entre la pulpa que se enfría y la que se calienta es de un orden despreciable, desde el punto de vista de la recuperación de reactivos. Sin embargo, es un aspecto a tener en cuenta en la elec-

ción de los materiales de construcción, tanto de los tubos que conducen el vapor, como del condensador barométrico.

7<sup>a</sup>) En el proyecto de los cambiadores de calor de evaporación súbita con condensador barométrico, se debe de elegir como criterio previo para definir el número de etapas, que los saltos de temperatura por etapa sean iguales, una vez que inicialmente se ha fijado el porcentaje de recuperación de calor que se quiere obtener.

8<sup>a</sup>) Establecido el número de etapas, el sistema debe de recalcularse cuando, conocidas las presiones de trabajo de cada cámara, se estipule como condición que la velocidad de vapor en la cámara sea la misma para todas las etapas, para que la vaporización súbita opere en todas ellas con las mismas características fluido-dinámicas. Este aspecto es importante desde el punto de vista de los arrastres mecánicos de fase líquida.

9<sup>a</sup>) Definidas las dimensiones del cambiador, la diferencia de cotas entre los niveles de cada etapa, así como la diferencia de cotas entre los puntos de llegada del vapor al condensador barométrico, el cambiador de calor opera en la forma siguiente respecto de las variaciones de temperatura en la entrada del fluido caliente. La cantidad de calor transmitido es más pequeña al crecer la temperatura de entrada, y dicha cantidad es mayor cuando la temperatura de entrada del fluido caliente decrece. Si la temperatura de entrada del fluido caliente baja fuertemente puede ser necesario eliminar del circuito una o varias etapas, comenzando por la base, de la columna de vaporización súbita.

10<sup>a</sup>) El parámetro fundamental de operación del sistema es la presión en la cabeza del condensador barométrico, su valor ha de hacerse variar cuando la temperatura de entrada en el cambiador del fluido caliente se modifica.

11ª) Se considera conveniente que el condensador barométrico se fraccione en cámaras, que eviten la posibilidad de efectos de mezcla en su conjunto, que podrían ser motivo de que las cámaras de evaporación no funcionen.

12ª) Para el caso de que el cambiador de calor funcione con un intervalo relativamente pequeño de variación de temperatura, para presiones absolutas bajas, las cámaras de evaporación han de disponerse mecánicamente en forma separada y no en columna, para que el espacio destinado a la separación del vapor sea suficiente. En el caso de que el sistema opere con un salto de temperatura amplio, con presiones absolutas elevadas, es necesario superponer a la unión entre las cámaras de vaporización, un sistema de válvulas que ocasione la pérdida de presión adecuada, para que el condensador barométrico opere también fraccionado en tramos, con un sistema superpuesto de bombas que venza una pérdida de presión idéntica a la de las válvulas.

## 7. A P E N D I C E

### 7.1. INTRODUCCION

Con el fin de poder seguir con mayor facilidad la descripción de este trabajo de investigación, se presentan en este capítulo todos los estudios y ensayos que fué necesario realizar y que se pueden considerar como auxiliares.

### 7.2. CALIBRADO DE APARATOS DE MEDIDA EN VAPORIZACION SUBITA

Se incluyen en este apartado todos los aparatos de medida de caudal utilizado en las instalaciones de vaporización, ya sea en una sola etapa como en múltiples.

#### 7.2.1. Rotámetros para agua

Cuando el caudal de agua empleado fué de 50 cc/seg. se utilizó un pequeño rotámetro cuya recta de calibrado aparece en la figura 7.1. y los datos correspondientes en la tabla 7.1.

En el resto de las experiencias con agua, se utilizó otro de mayor capacidad. Se calibró con agua por pesada directa, tomando muestras entre 15 y 20 Kgrs. Con los valores obtenidos, (tabla 7-2) ajustados por mínimos cuadrados, se obtuvo la recta de ecuación:

$$g = 48.3 + 3.75 x$$

que se ha representado en la figura 7-2.

#### 7.2.2. Rotámetro para pulpas de baja concentración

Utilizando el tubo de este último rotámetro, pero variando la forma y peso del flotador (2.1.3.) como aparece en la figura 2-3 se calibró también por pesada directa para pulpas

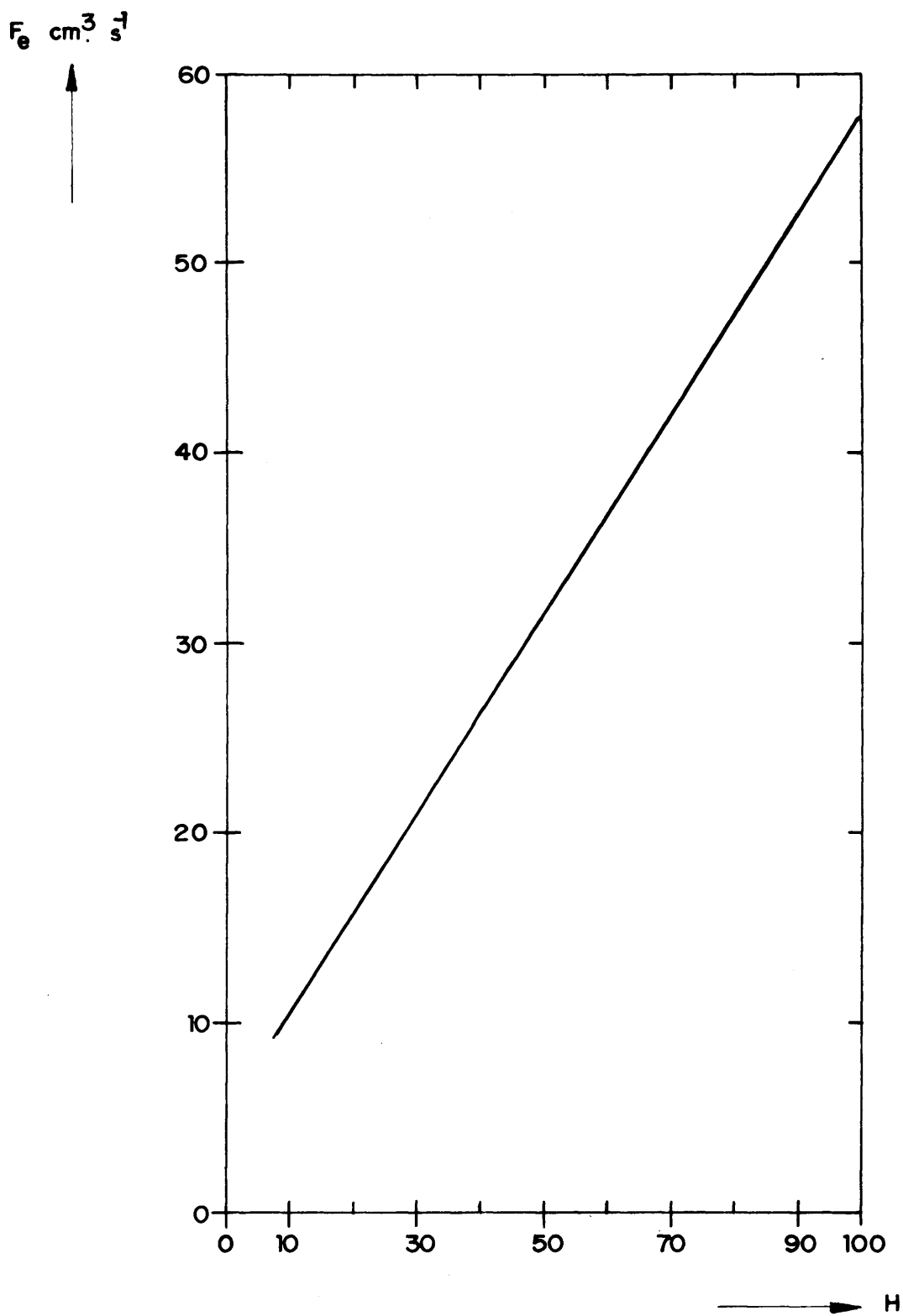


FIG.7 -1.- CALIBRADO DEL ROTAMETRO PARA AGUA

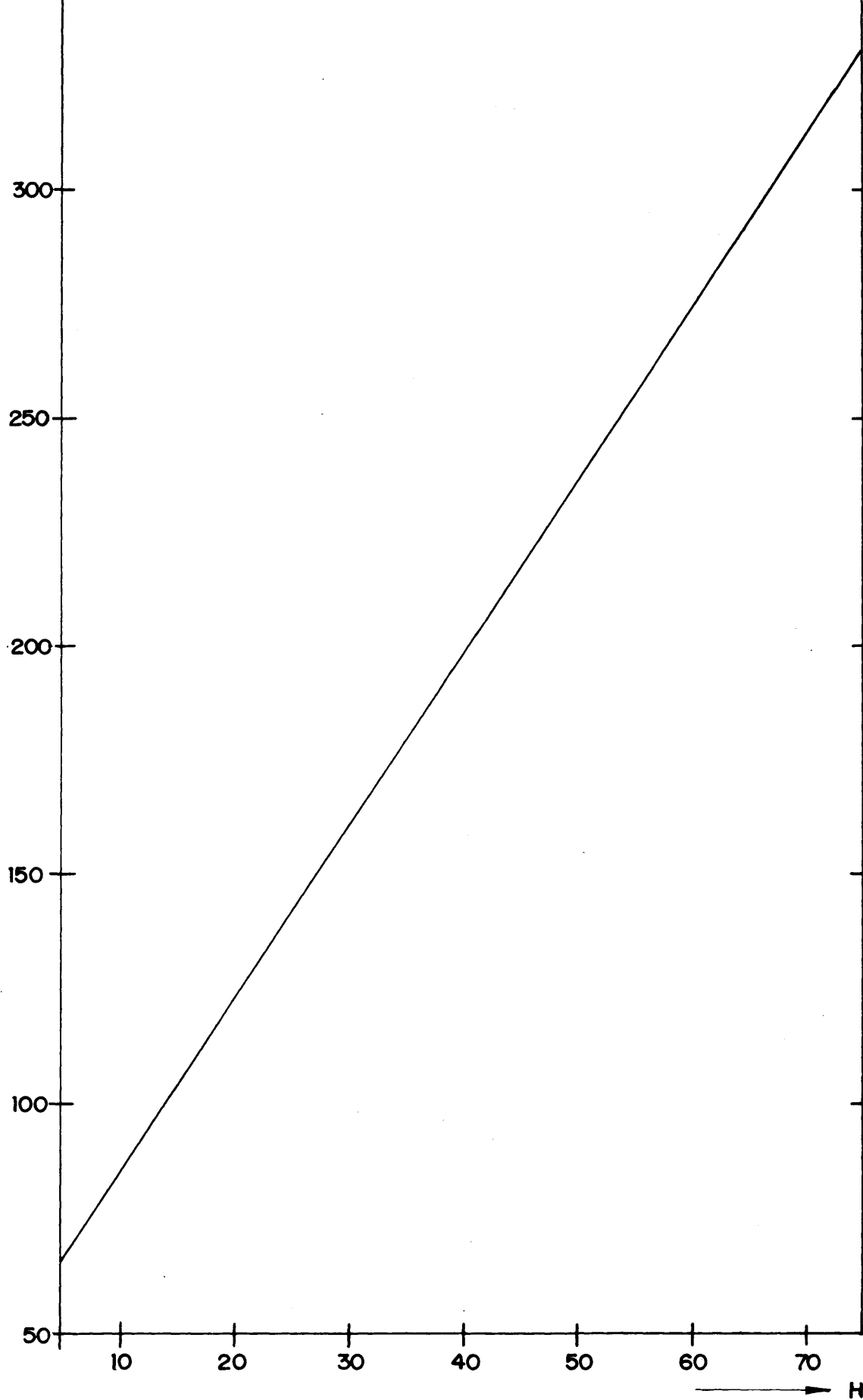


FIG. 7-2.- CALIBRADO DEL ROTAMETRO PARA AGUA



al 5 y 15%. Los datos correspondientes aparecen en la tabla 7-3 y las rectas de calibrado en la figura 7-3.

#### 7.2.3. Rotámetro para aire

Se calibró por medio de un totalizador de gases, a 20°C. Su función de calibrado se representa en la figura 7-4 y los correspondientes valores experimentales a la tabla 7-4.

#### 7.2.4. Aparato de medida para pulpas de alta concentración

Se utilizó el diseño descrito en 2.1.3. y representado en la figura 2-6.

Se calibró con cinco boquillas distintas y varias concentraciones. Los datos correspondientes a estas medidas aparecen en la tabla 7-5 y las curvas de calibrado en la figura 7-5.

### 7.3. LA PULPA

#### 7.3.1. Preparación y características

Se utilizó arcilla para la obtención de la pulpa.

Esta arcilla después de triturada se molía en un molino de rodillos utilizándose sólo las fracciones inferiores al tamiz nº 8 de la serie Tyler, es decir, el tamaño máximo de partícula fue de 2.3 mm.

Estos finos mezclados con agua formaban la suspensión que se utilizó como pulpa.

#### 7.3.2. Cálculo de la concentración y calor específico

Se construyó experimentalmente la función densidad-concentración (fig. 7-6) para la pulpa. Dicha función se obtuvo preparando 20 muestras de distinta concentración, midiendo posteriormente su densidad a tres temperaturas, 20, 50 y 80°C.

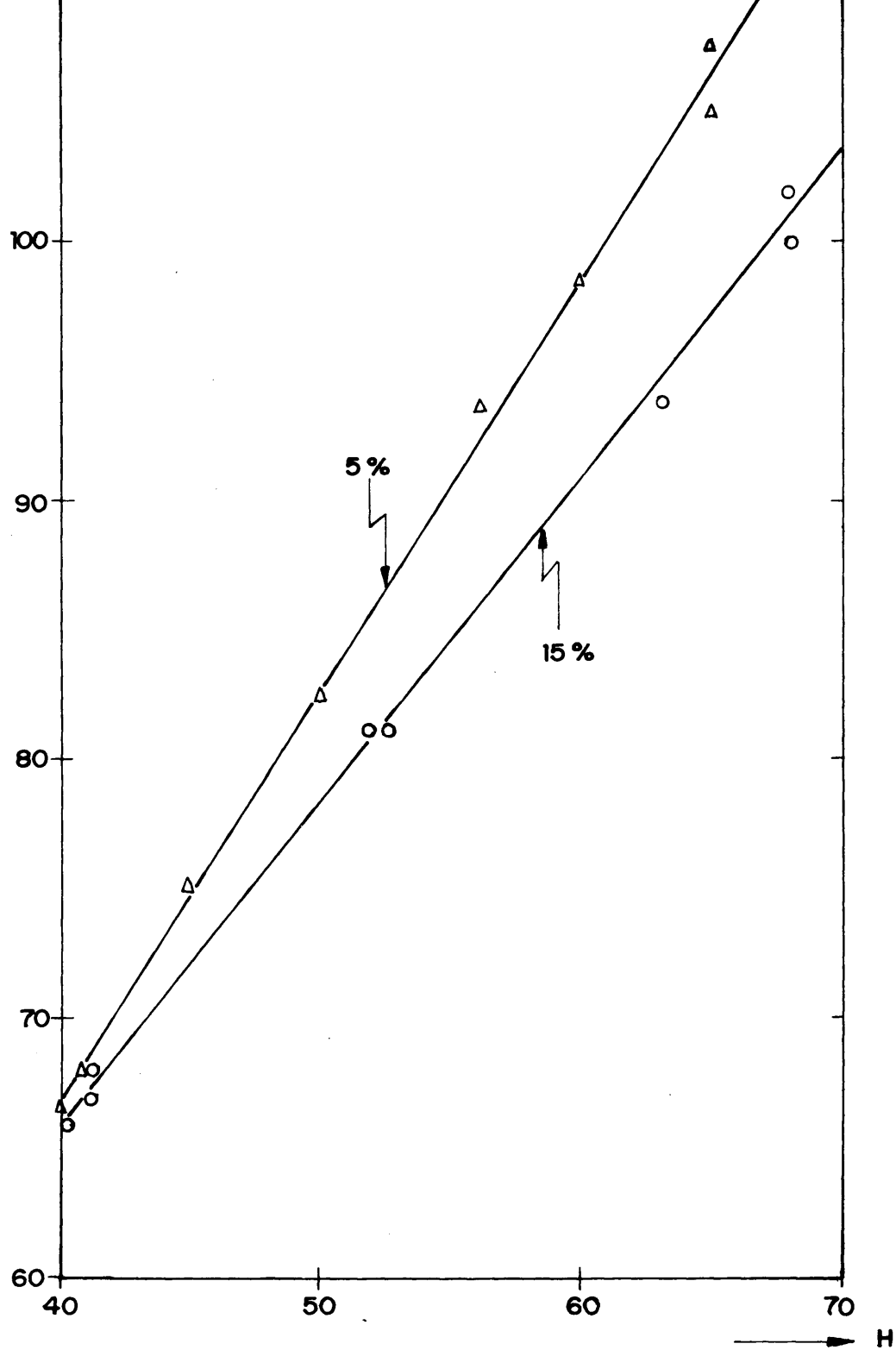


FIG. 7-3.- RECTAS DE CALIBRADO DEL ROTAMETRO PARA PULPAS  
AL 5 Y 15 POR CIENTO

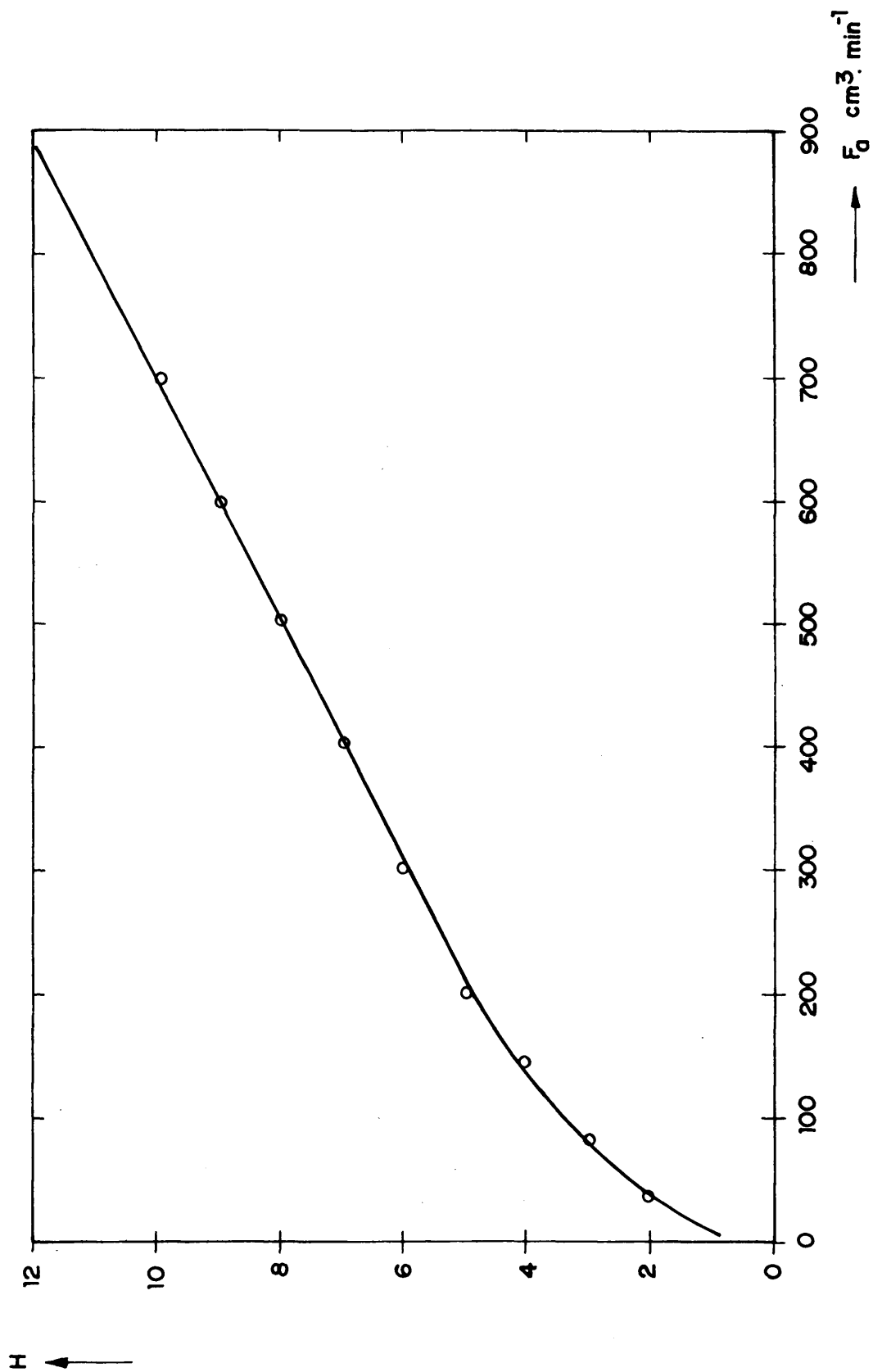


FIG. 7 -4.- CALIBRADO DEL ROTAMETRO PARA AIRE

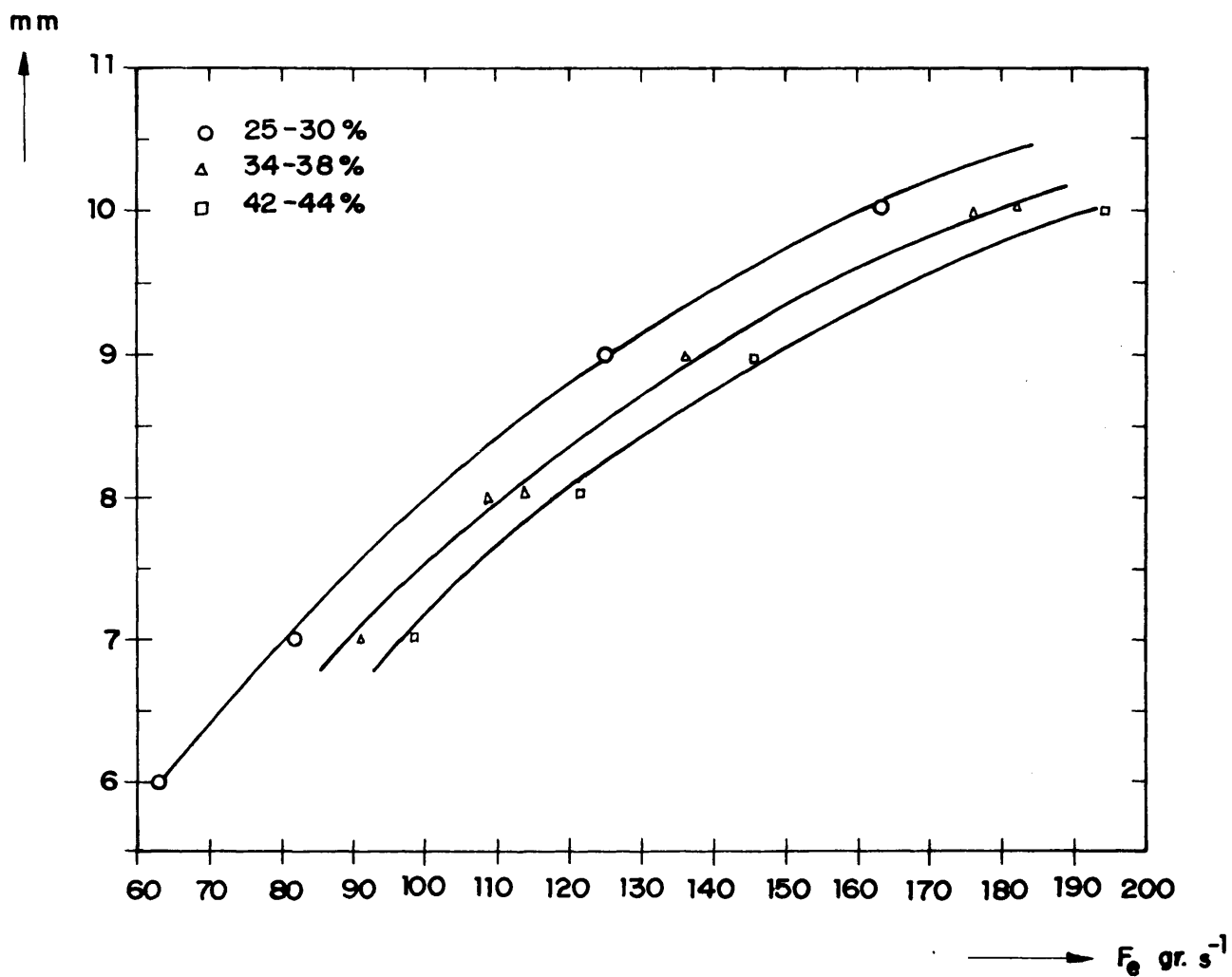


FIG. 7-5.- CALIBRADO DEL MEDIDOR DE PULPAS CONCENTRADAS

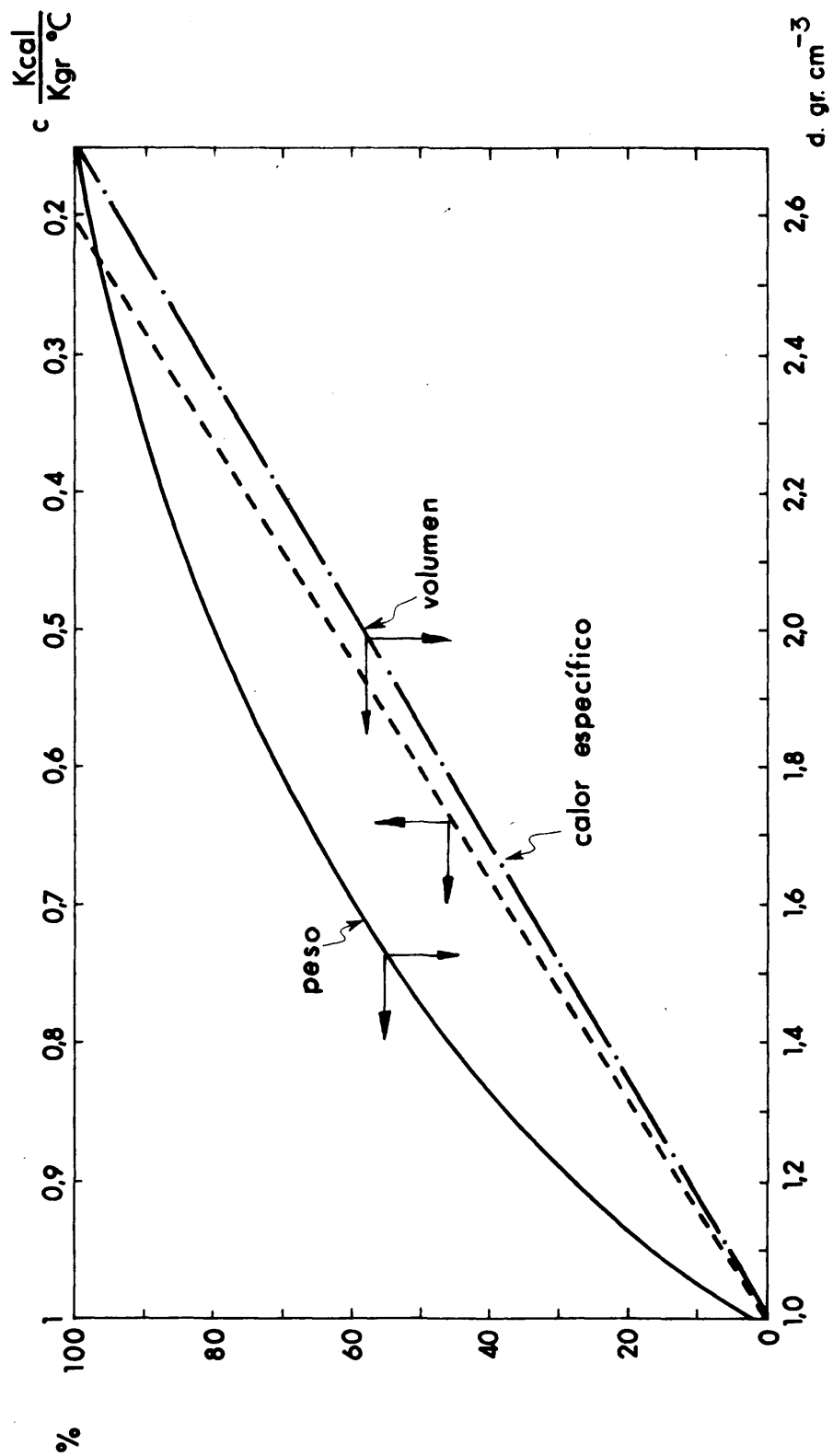


FIG. 7-6. FUNCION DENSIDAD-CONCENTRACION-CALOR ESPECIFICO  
PARA PULPA

Dado que la variación de la densidad con la temperatura en el intervalo de 20 a 80°C era despreciable, se utilizó siempre la función a 50°C.

Durante la experimentación se tomaba una muestra de 2.000 cc. de pulpa, calculando por pesada su densidad, y mediante la función descrita se conocía el valor de la concentración.

El calor específico se obtuvo como función lineal entre el calor específico de la arcilla (0.20 Kcal/egr.°C) y el del agua. Se comprobaron experimentalmente varios puntos, obteniéndose en todos los casos el mismo orden de magnitud.

#### 7.4. METODO DE ANALISIS QUIMICO

Para obtener las funciones de equilibrio líquido vapor, a distintas presiones de trabajo, de las diversas soluciones utilizadas ( $\text{ClH}-\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{ClH}-\text{SO}_4\text{H}_2-\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NO}_3\text{H}-\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NO}_3\text{H}-\dots$ ) ha sido necesario determinar las concentraciones de estos componentes en las fases en equilibrio.

Dado que las sustancias a analizar eran bien conocidas y no representaban ningún tipo de interferencias, los métodos utilizados para su análisis aparecen claramente descritos en la bibliografía, por ello se tratan someramente.

El cálculo de la acidez total siempre se efectuó mediante una volumetría-acidimetría utilizando como reactivo sosa diluida y como indicador fenolftaleína.

Para la valoración de las soluciones que contenían dos ácidos, fue necesario eliminar uno de ellos, el sulfúrico, por precipitación, valorando después el resto de la solución. Por retroceso se obtenía la cantidad del primero.

Después de todo el proceso analítico las concentraciones de ácido aparecían expresadas en molaridad o normalidad. Haciendo

do uso de los datos bibliográficos de densidad con centración para soluciones acuosas de clorhídrico y nítrico (figuras 7-7 y 7-8) dichas concentraciones se expresaron en tanto por ciento en peso, con el fin de facilitar los cálculos posteriores.

#### 7.4.1. Marcha analítica

A continuación se presenta el esquema seguido para valoración de cada una de las muestras que contenían dos ácidos.

##### MUESTRA 1

$H^+$ ,  $SO_4$   $H_2$   
↓  
dilución  
↓      fenolftaleína  
valoración  
frente a Na OH.

/ . . .

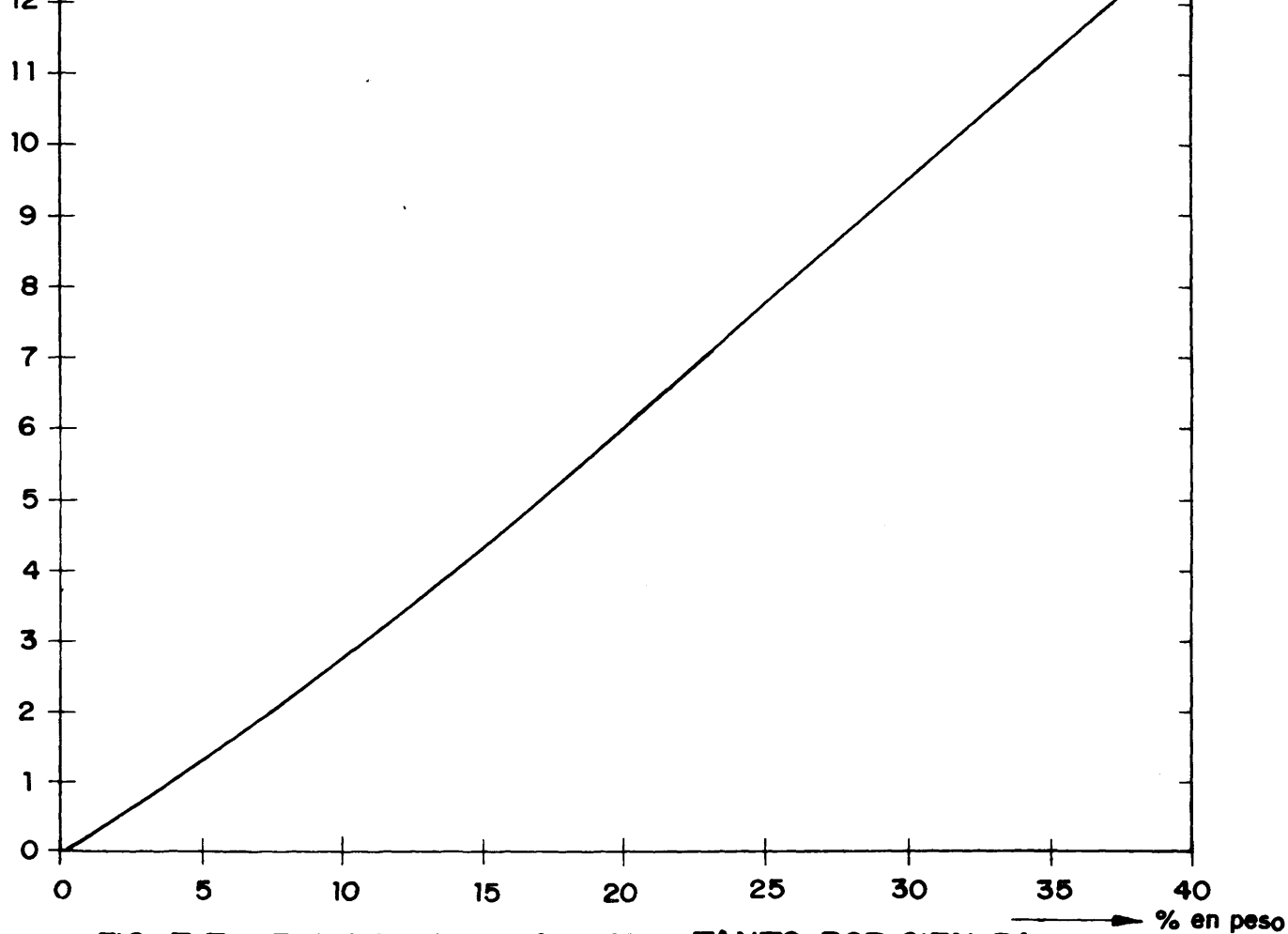


FIG. 7-7.- FUNCION NORMALIDAD - TANTO POR CIEN PARA EL  
ACIDO CLORHIDRICO

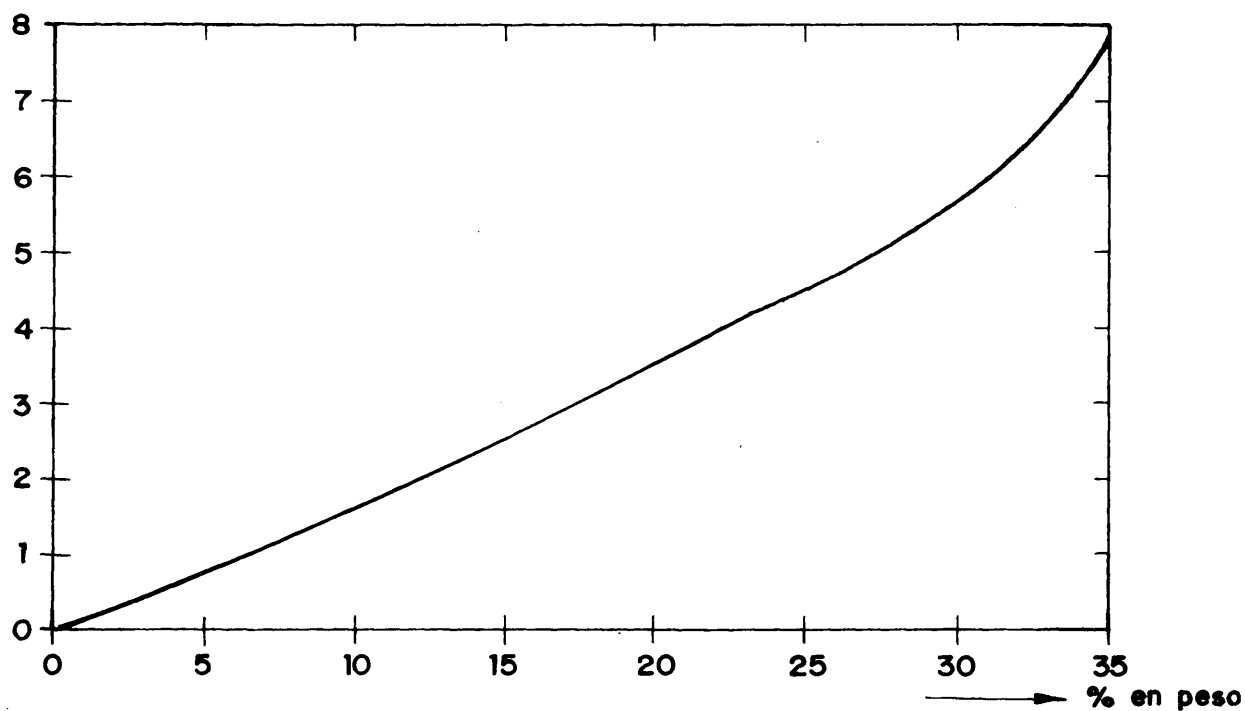
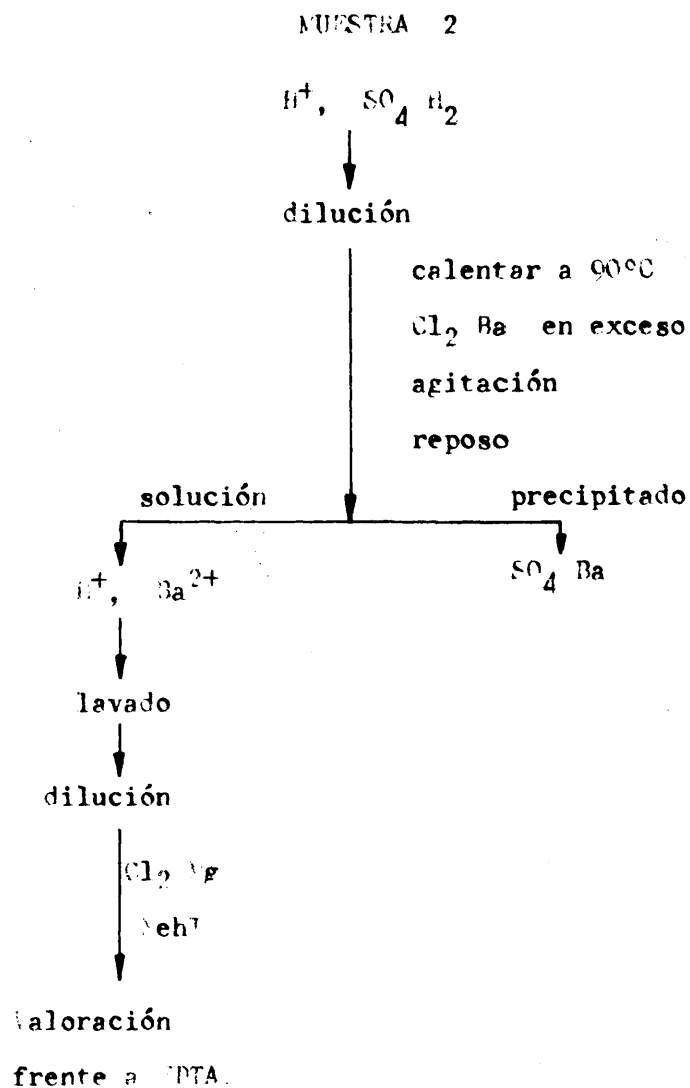


FIG. 7-8.- FUNCION NORMALIDAD-TANTO POR CIEN PARA EL  
ACIDO NITRICO





#### 7.4.2. Precipitación

Se diluían las muestras hasta que contubieran 0.1 gr. de azufre en el estado de sulfato, y se calentaban a  $90 - 100^\circ C$ . Después se agregaba  $Cl_2$ ,  $Ba$  caliente en un exceso medido (20% en exceso) y se agitaba energicamente durante 2 ó 3 minutos, dejándolo ya enfriar.

De esta manera se conseguía un máximo crecimiento de los cristales.

Para retirar el precipitado se filtraba con vacío mediante un filtro de placa porosa.

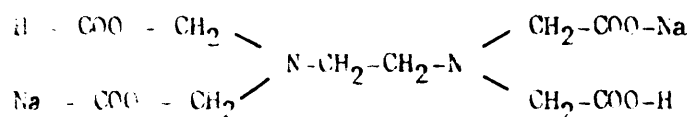
El precipitado se lavaba tres veces con una solución diluida y caliente que contenía uno de los iones presentes en la precipitación,  $\text{Cl}^-$  ó  $\text{NO}_3^-$ .

El filtrado obtenido, así como las aguas de lavado, se diluían a un volumen determinado (100 cc. normalmente).

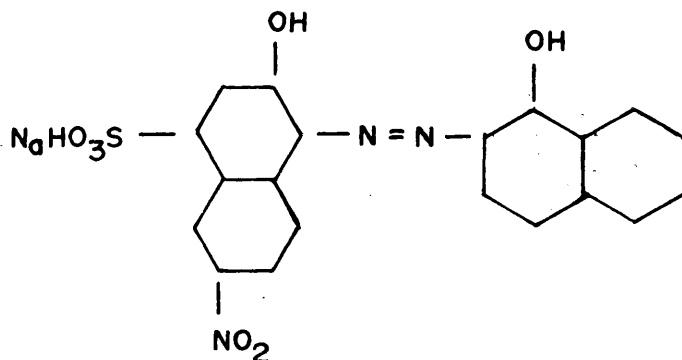
#### 7.4.3. Complexometría

Para conocer el exceso de bario se hizo uso de un método complexométrico.

Como reactivo se utilizó el EDTA, sal disódica del ácido etilén di a min tretracético

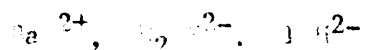


y como indicador el negro de eriocromo T (net, T) sal sódica del ácido 1 - (1 - hidroxí - 2 - naftilazo) - 6 - nitro - 2 - naftol - 4 - sulfónico, preparado sobre ácido bórico y alcohol metílico.

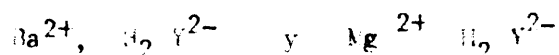


trabajando en solución tamponada con  $\text{ClH}_4\text{OH}$  a pH 10.

En el sistema:



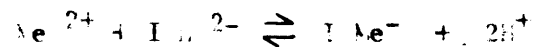
el cambio de color del indicador no es muy nítido, sin embargo sí lo es cuando hay presentes iones  $\text{Mg}^{2+}$ . Teniendo en cuenta esta circunstancia y dado que las constantes,  $\text{p}K$ , de los sistemas:



son muy parecidas, 7.8 y 8.7 respectivamente, el punto de equivalencia se alcanza simultáneamente con los dos iones, en consecuencia se agregó una determinada cantidad de ion  $\text{Mg}^{2+}$ .

En resumen, el mecanismo que se producía a lo largo de la valoración era:

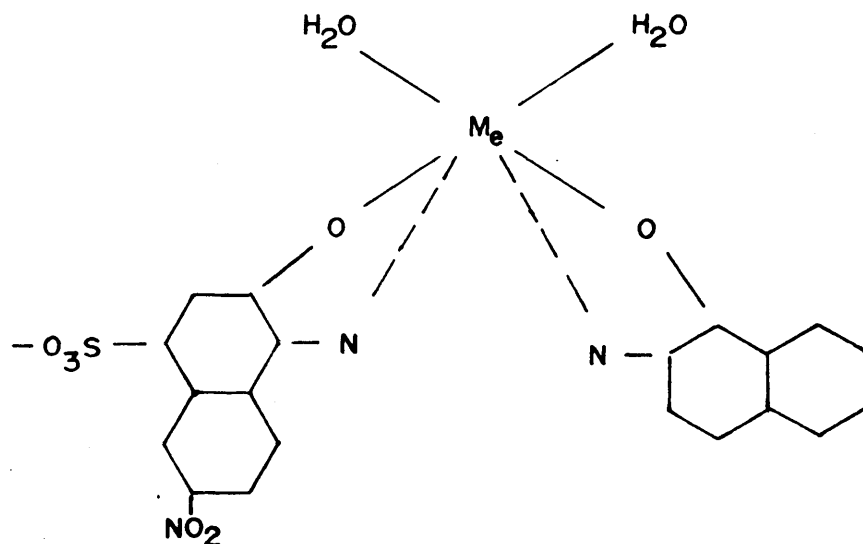
a) Sistema Metal-indicador



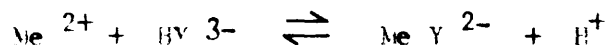
azul

rojo-vinoso

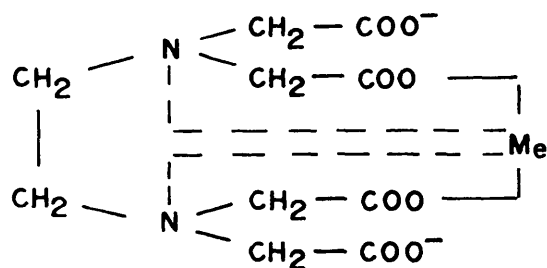
siendo el  $\text{p}K$  del sistema 10 y el complejo formado



b) Sistema metal-EDTA



con un  $pK$  de 7.8 u 8.7 y un complejo del tipo quelato:

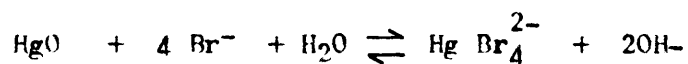


En el punto de equivalencia, el complejo indicador-metal desaparece, por tanto el color rojo-vinoso de la disolución pasa a azul puro debido al  $\text{IH}^{2-}$ .

#### 7.4.4. reactivos

Los reactivos que se utilizaron a lo largo de todo el trabajo analítico fueron:

Acido clorhídrico, 0.15N, contrastado frente a  $\text{HgO}$  en presencia de  $\text{Br}^-$  según la reacción:



este ácido se empleó para contrastar periódicamente la sosa.

Hidroxido sódico, 0.15N, preparado a partir de producto sólido.

Cloruro de bario, 0.5 N, preparado por pesada y disolución a partir de  $\text{Cl}_2 \text{Ba} - 2 \text{H}_2\text{O}$ .

Nitrato de bario, 0.5, preparado por pesada y disolución a partir de  $(\text{NO}_3)_2 \text{Ba} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ .

Cloruro de Magnesio, 0.02 N, preparado por pesada y disolución a partir de  $\text{Cl}_2 \text{Mg} \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

DTA, 0.05 M, preparado por dilución de producto concentrado en ampollas.

Solución tampón para pH 10, preparada con 60 gr. de  $\text{Cl}_3\text{NH}_4$  en 200 cc. de agua y 570 gr. de  $\text{NH}_4\text{OH}$  de 24° Be, completando con agua hasta 1000 cc.

Fenolftaleína al 0.1 % en alcohol etílico del 50 %.

Negro de eriocromo T, 0.15 gr, de net T y 0.5 gr. de borato sódico en 25 cc. de metanol.



T A B L A 3 - 1

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
85,3	80,6	16,5	90,7		193	100
85,0	79,3	20	90,7		192	100
85,1	76,8	28,5	90,7		260	82
85,3	75,1	30	90,7		193	95

T A B L A 3 - 2

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
79	75,7	11,5	90,7		303	70
78,4	74,6	12,5	90,7		240	84
77,8	72,6	23	90,6		306	90
77,3	70,9	23	90,7		294	77
77,1	68,2	22,5	90,7		277	58
75,8	64,6	28	90,8		230	70
75,4	62,4	22	90,7		190	58

T A B L A 3 - 3

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
73,7	71,5	6,5	90,7		168	110
73,6	71,1	5,5	90,7		121	114
73,6	70,6	7	90,7		136	108
73,2	69,4	10	90,7		166	99
72,9	67,7	10	90,8		138	80
72,6	66,3	10,5	90,7		118	91
72,5	65	13	90,7		122	61
72,3	62,6	16,5	90,7		128	86
71,6	59,4	22	90,7		97	93

TABLA 3 - 4

$T_e$	$T_s$	$d$	$H$	$h$	$e$	$E$
68,5	64,8	9	91,7		183	86
68,1	64,6	8	91,7		160	90
67,9	63,8	9	91,7		160	88
67,6	62,9	10,5	91,7		161	90
67,5	61,0	13	91,7		164	92
67,1	60,8	16	91,7		181	91
66,7	58,9	20	91,7		181	92
66,6	56,9	17	91,6		128	90
66,2	55	20	91,6		132	89

TABLA 3 - 5

$T_e$	$T_s$	$d$	$H$	$h$	$e$	$E$
59,4	56,5	7	89,7		151	105
59,2	55,3	9	89,7		169	90
58,9	54,2	11	89,8		167	94
58,6	52,1	11	89,8		123	93
58,6	49,5	14	89,8		188	89
58,6	48,1	17	89,9		128	87
58,5	46,7	18	89,9		112	94
58,2	45,4	18,5	89,8		114	88
57,8	43,4	22,5	89,8		109	99
57,6	42,1	18	89,8		82	99

TABLA 3 - 6

$T_e$	$T_s$	$d$	$H$	$h$	$e$	$E$
52,6	49,6	7,5	89,7		162	82
52,2	47	13	89,8		205	82
51,6	42,6	14,5	89,9		140	80
51,6	40,5	20	89,9		130	97
51,6	38,5	23	89,9		129	99
51,7	37,6	20	89,8		115	87
51,6	36,8	20	89,8		121	79
51,6	36,4	22	89,8		131	79
51,6	35,5	19	89,7		102	82



T A B L A 3 - 7

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
47,4	41,1	11	89,8		151	81
47,2	38,3	12	89,8		99	96
47,4	37,7	16	89,8		127	92
47,6	37,4	16	89,7		128	87
47,6	36,6	16	89,8		127	81
47,6	35,7	15	89,8		110	81

T A B L A 3 - 8

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
35,6	34,2	2,2	90,7		150	77
35,5	33,7	1,7	90,6		130	53
35,1	33,6	1,3	90,6		149	40
34,9	31,9	6	90,7		120	116
34,7	30,4	7,5	90,7		115	108
34,7	28,9	7,5	90,7		97	96
34,7	28,5	8	90,7		101	93

T A B L A 3 - 9

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
29,5	28,5	2	89,8		224	62
29,6	27,4	5	89,8		196	86
29,6	26,3	9	89,8		240	83

T A B L A 3 - 10

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
86,5	81,3	25	8,1		262	76
86,7	80,6	25,5	8,4		215	79
86,6	76,3	29	8,0		131	91
86,5	77,6	25	7,9		144	82

T A B L A 3 - 11

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
71,6	65,6	12	8,8		103	82
71,5	65,1	12	8,7		101	78
71,1	64,6	15	8,8		122	78
70	63,6	13	8,7		94	91
69,5	63,6	16	8,9		115	100
68,7	61,5	16	9,0		107	89
68,3	60	14	8,7		94	83
67,6	58,6	17,5	8,8		94	89
67	56,9	20	8,8		93	91
66,4	54,7	21	8,9		83	93

T A B L A 3 - 12

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
69,4	64	17	8,5		160	87
68,7	62,9	18	8,5		157	85
68,5	62,2	18	8,5		152	84
67,9	61,5	19	8,6		148	87
63,3	60,6	21	8,6		155	87
66,7	59	24	8,5		156	87
65,9	57,2	29	8,6		169	87
65,2	56,1	24	8,5		129	90



T A B L A 3 - 13

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
60,9	51,8	14,5	8,5		85	84
60,7	49,7	21	8,5		105	81
60,6	48,2	22,5	8,5		101	81
60,4	47,2	21,5	8,5		92	80
59,9	46,3	16,5	8,5		65	84
59,6	45,2	19	8,4		72	83
59,3	44	17	8,5		59	85

T A B L A 3 - 14

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
59,8	55,2	9	8,6		102	83
59,6	53,5	13	8,6		116	80
59,4	51,6	15,5	8,7		110	79
59,1	50,2	13,5	8,6		74	91
58,6	48,7	16	8,6		90	80
38,2	47,5	18,5	8,7		89	89
57,6	45,7	20,5	8,7		87	89

T A B L A 3 - 15

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
51,1	49	7	8,5		193	77
50,9	47,9	8,5	8,4		145	88
50,7	46,7	10	8,4		135	84
50,6	45,7	11,5	8,4		134	80
50,6	45,7	13	8,5		127	79
50,6	43,9	13,5	8,7		115	84
49,8	42,5	2	8,5		139	93
49,6	41,2	19	8,7		110	94
49,4	40,2	19,5	8,4		110	92

T A B L A 3 - 16

$T_e$	$T_s$	$d$	$H$	$h$	$\theta$	$E$
59.4	57	7	8.8		165	77
59.1	56.3	14	8.8		202	106
58.5	55.6	16	8.8		302	78
57.9	54.8	13	8.8		218	85
57.3	52.6	17	8.7		180	90
56.6	51	20.5	8.7		175	92
55.8	49.5	14.5	8.7		113	90

T A B L A 3 - 17

$T_e$	$T_s$	$d$	$H$	$h$	$\theta$	$E$
60.2	56.6	10	7.7		132	101
59.9	55.3	14	7.6		147	100
59.6	54.1	14	7.7		121	100
59.5	52.6	20	7.7		135	103
59.1	51.1	18	7.7		113	98
58.6	50	20	7.6		111	100
58.4	48.7	20	7.8		105	96
57.8	47.5	21	7.8		100	100
57.5	46.3	20	7.4		90	97
57	44.9	20	7.7		75	104

T A B L A 3 - 18

$T_e$	$T_s$	$d$	$H$	$h$	$\theta$	$E$
59.2	54.6	16	7.6		193	87
58.8	52.8	18	7.6		154	95
58.4	51.3	18	7.6		126	98
57.7	49.9	20	7.6		126	100
57.2	48.5	22	7.5		127	88



T A B L A 3 - 19

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$\Gamma$
59.6	57.6	5	7.8		124	98
59.4	55.6	10	7.7		131	98
58.8	54.2	14	7.7		166	89
58.5	52.4	16	7.6		137	94
58	51.3	14	7.7		105	97
57.6	49.9	15	7.6		101	95
57.3	48.2	15	7.8		91	90

T A B L A 3 - 20

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$\Gamma$
51.6	48.7	6.5	8.7		176	57
51.5	47.8	9	8.6		164	66
51.3	46.7	10.5	8.6		124	82
51.1	44.6	14	8.6		123	80
50.8	42.9	22	8.6		138	92
50.6	42	17	8.5		110	82
50.5	41.5	19	8.6		110	88
50.1	40.6	19.5	8.6		109	86
49.7	39.7	20	8.6		104	88

T A B L A 3 - 21

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$\Gamma$
49.5	45.3	9	13.6		90	88
49.5	44.0	12	13.6		93	88
49.5	42.7	17	13.5		105	80
49.4	41.1	15.5	13.5		71	98
49.4	40.2	21	13.5		88	97
49.4	39.6	17	13.5		73	89
49.3	39.3	20	13.4		78	96
49.3	38.4	23	13.4		77	103

T A B L A 3 - 22

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$\pi$
50.8	45.7	10	7.8		96	99
50.6	44	22	7.8		170	96
50.6	41.9	23	7.7		136	96
50.4	40.6	22	7.7		116	96
50.2	40	22	7.6		115	95
49.6	39.2	23	7.6		125	91
49.1	38.4	24	7.5		131	86

T A B L A 3 - 23

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$\pi$
51.6	46.5	12	7.6		192	59
51.3	44.6	17	7.5		166	69
51	43.2	17	7.5		126	79
50.8	41.6	18	7.5		99	86
50.4	40.5	18	7.5		90	100

T A B L A 3 - 24

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$\pi$
47.2	42.4	13	8.6		187	80
47.2	40.8	14	8.6		109	95
47.3	39.1	24	8.6		144	96
47.1	38.1	25	8.9		144	93



TABLA 3 - 25

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$r$
44,8	43,3	5,5	9,0		168	95
44,7	40,5	16	9,0		182	97
44,6	37,5	26	8,6		174	100
44,6	36,5	28	8,2		177	96
44,5	35,8	31	8,2		191	92
44,3	35,4	27	8,2		165	90

TABLA 3 - 26

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$r$
42,3	38,7	13	8,4		210	82
42,3	38,4	13	8,3		188	86
41,9	38	19	8,6		265	84
41,6	37,5	16	9,4		227	81
41,3	36,1	18	8,6		196	80

TABLA 3 - 27

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$r$
42,0	39,3	6,5	8,6		128	57
42,1	36,6	13	8,6		122	93
42,1	35,6	21	8,2		176	90
42,1	34,9	26	8,6		197	88
42,1	34,5	28	8,6		201	88
42,1	34,4	24	8,2		174	98
41,8	33,9	26	7,5		156	100

T A B L A 3 - 28

$T_e$	$T_s$	$d$	$H$	$h$	$\theta$	$E$
32.7	31.7	3.5	8.6		271	66
32.6	31.1	6	8.7		229	87
32.6	30.6	6	8.3		179	83
32.6	28.3	13.5	8.6		153	100
32.6	27.4	17	8.7		165	97
32.6	26.6	14	8.6		127	100

T A B L A 3 - 29

$T_e$	$T_s$	$d$	$H$	$h$	$\theta$	$E$
31.8	30.3	4.5	8.3		210	70
31.7	29.4	7.5	8.3		127	100
31.7	28.0	14	8.2		200	100
31.6	27.4	14.5	8.2		182	93

T A B L A 3 - 30

$T_e$	$T_s$	$d$	$H$	$h$	$\theta$	$E$
81	76.8	23.5	16.5		184	90
80.9	75.6	23	16.5		147	88
80.8	74.6	22	16.5		127	84
80.6	72.2	33	16.5		138	86
80.6	69.6	28	16.5		90	86
80.6	67.6	30	16.5		82	86



T A B L A 3 - 31

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$\tau$
69.8	66.2	30	16.4		206	90
69.7	64.6	30.5	16.5		215	89
69.4	61.5	32.5	16.5		141	92
69.3	59.4	40	16.5		143	89
68.7	57.6	35	16.5		110	91
69.5	55.9	32	16.5		90	84

T A B L A 3 - 32

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$\tau$
62.6	56.6	20	16.4		120	80
62.6	53.7	29	16.5		118	80
62.7	51.5	26	16.5		84	90
62.7	49.7	36	16.5		96	95
62.7	48.4	40	16.5		92	100
62.6	47	34	16.5		65	100

T A B L A 3 - 33

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$\tau$
51.6	49.1	12.5	16.4		193	87
51.6	45.3	25	16.5		131	100
51.6	42.8	29	16.5		109	100
51.6	41.6	29.5	16.5		92	100
51.6	40.6	27	16.4		76	100

T A B L A 3 - 34

$T_e$	$T_s$	d	H	h	e	r
42.5	38.2	16	16.3		129	97
42.5	36.7	23	16.3		146	92
42.5	34.8	26	16.3		122	95
42.5	34.6	25	16.3		105	100

T A B L A 3 - 35

$T_e$	$T_s$	d	H	h	e	E
35.8	31.5	31	16.5		258	96
36	31	29	16.5		196	96
36	30.9	31	16.5		198	97
36.6	31	31	16.5		201	92

T A B L A 3 - 36

$T_e$	$T_s$	d	H	h	e	E
60.6	66	12	91.9	5	269	79
60.6	64	17	91.9	5.1	232	84
60.6	62.8	14.5	91.8	5	180	76
60.6	59.5	24.5	91.7	5	192	82
69.5	57.4	22	91.7	5	141	85
69.5	55.5	26.5	91.7	5	145	87
69.4	54.5	21.5	91.6	5	119	81

T A B L A 3 - 37

$T_e$	$T_s$	d	H	h	e	E
50.8	48.1	13	90.7	5	330	99
50.5	44.8	24	90.7	5	323	90
50.4	42.3	27.3	90.7	5	259	96
50.3	40	28	90.7	5	199	95
50.2	38.2	33	90.7	5	200	94
50.2	36.9	28	90.6	5	166	89

T A B L A 3 - 38

$T_e$	$T_s$	d	H	h	e	E
33.6	29.8	13	90.7	5	340	72
33.6	28.4	18	90.7	5	346	72
33.5	27.1	21	90.6	5	324	74
36.6	26.1	27	90.7	5	370	75

T A B L A 3 - 39

$T_e$	$T_s$	d	H	h	e	E
68.8	62.1	24	16.5	5	129	87
68.8	61.5	32	16.5	5.1	153	90
68.7	60.7	26	16.5	5.1	116	88
68.6	59.6	34	16.5	5	132	90
68.5	58.8	27	16.5	5	101	87
68	57.6	27	16.5	5	99	83



T A B L A 3 - 40

$T_e$	$T_s$	d	H	h	e	E
58.6	46.6	16	16.5	5	135	78
51.6	46.1	23	16.5	5	163	80
51.6	44.6	19	16.5	5	100	90
51.6	43.8	17		5	82	88

T A B L A 3 - 41

$T_e$	$T_s$	d	H	h	e	E
33.8	30.2	18	16.3	5	183	94
34	29.2	22.5	16.3	5	171	96
34	29.5	21	16.3	5	163	96

T A B L A 3 - 42

$T_e$	$T_s$	d	H	h	e	E
69.7	66	20.5	89.8	10.7	361	73
69.3	64.6	17.5	89.8	10.6	248	100
69.6	63.3	29	89.8	10.5	349	99
68.9	61.6	30	89.8	10.5	363	100
68.2	58.8	34	89.8	10.3	252	94

T A B L A 3 - 43

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$\Gamma$
68.3	64.2	17	90.7	10.3	375	72
67.7	63.7	16	90.7	10.4	381	68
67.3	62.5	23	90.7	10.3	369	84
66.4	60.6	29	90.7	10.5	374	87
65.6	56.7	26.5	90.7	10.3	213	92
65	53.7	35.3	90.6	10.6	225	92

T A B L A 3 - 44

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$\Gamma$
50.7	45.9	25	91.8	10.3	387	92
50.5	40.8	32.5	91.8	10.3	269	87
50	38.1	37	91.7	10.3	228	94
49.8	36.6	30	91.7	10.5	176	90
49.8	36.1	31	91.6	10.6	197	81
49.7	34.6	25	91.6	10.7	144	81

T A B L A 3 - 45

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	$\Gamma$
39.6	36.6	9.5	90.8	10.4	407	56
39.6	32.8	27.5	90.7	10.5	360	80
39.6	31.3	30.5	90.7	10.6	347	86
39.6	29.8	34	90.6	10.6	279	81
39.7	28.5	34	90.7	10.5	264	83

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
33.6	29.5	10.5	90.7	10.5	274	67
33.6	28	15	90.7	10.5	264	73
33.6	26.8	13	90.7	10.5	178	78
33.6	26.5	13	90.7	10.5	164	81

T A B L A 3 - 47

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
69.6	64.8	21	16.5	10.5	173	78
69.3	64	22	16.5	10.5	161	81
68.8	62.8	26	16.5	10.5	153	88
68.6	61.6	26	16.5	10.5	131	89
68.3	59.8	29	16.5	10.5	175	61
68.1	57.7	22		10.5	124	54

T A B L A 3 - 48

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	F
51.6	46.8	21	16.5	10.5	158	92.9
51.6	45.1	28	16.4	10.5	146	97
51.6	43.1	31	16.5	10.5	103	100
51.6	42.4	25	16.5	10.4	92	98
51.6	41.9	22	16.5	10.4	79	98
51.6	41.1	23	16.4	10.4	70	100
51.6	40.5	30	16.4	10.4	87	100

T A B L A 3 - 49

$T_e$	$T_s$	d	H	h	$\theta$	E
35.7	32.6	28	16.4	10.4	331	92
35.8	31.4	32	16.5	10.4	251	99
35.9	30.7	29	16.5	10.4	200	100
36.1	30.6	31	16.5	10.3	200	97

CONCENTRACION 5

$T_e$	$T_s$	H	h		$\theta$	F
-------	-------	---	---	--	----------	---

TABLA 3 - 50

68,9	64	39		9,5	179,2	58
68,1	63	39		12,5	177	75
67,2	60,4	39		17	187,5	72

TABLA 3 - 51

61,9	54,9	39		17	218,8	61
62,9	51,3	39		31	173,9	87
63,9	47	39		35	169,0	70

TABLA 3 - 52

55,2	49,8	39		17	235,0	75
55,1	47,8	39		24	208,7	89
55,0	43,7	39		32	208,3	78

TABLA 3 - 53

45,7	37,2	39		22	207,1	73
47,5	36,5	39		31	236,7	70
49,7	35,3	39		45	181,1	99

CONCENTRACION 5

$T_e$	$T_s$	H	h	a	$\theta$	E
-------	-------	---	---	---	----------	---

TABLA 3 - 54

41,1	36,2	39		11,5	204,2	85
41,1	35	39		14,5	186,3	91
41	33,9	39		16,5	173,3	90

TABLA 3 - 55

72	68	49		18	225,2	66
72	66,5	49		27	202,3	83
72	63,3	49		32	193,9	66

TABLA 3 - 56

65	58,8	51		20	195	70
65	57	51		30	216	74
65	54,6	51		33	199,1	72

TABLA 3 - 57

60,9	54,2	49		21	198,1	82
61,8	52,7	49		23	203,3	64
62,1	48,6	49		40	217,6	72



CONCENTRACION 5 %

$T_e$	$T_s$	H	h	a	$\theta$	F
-------	-------	---	---	---	----------	---

TABLA 3 - 58

49,2	42,8	51		22	198,0	77
50,6	41,5	51		31	191,1	79
52	41,5	51		15	57,8	100

TABLA 3 - 59

68,2	63,2	65		16,5	164,9	67
67,9	61	65		25	144,2	80
67	57	65		34	153,3	81

TABLA 3 - 60

64,3	63,1	65		24	184,5	69
64,2	61,8	65		36	192,8	77
64,2	60,1	65		37	144,0	82

TABLA 3 - 61

54,1	48,9	65		17	176,7	78
54	47,8	65		27	165,8	91
53,8	45,4	65		42	197,2	89

CONCENTRACION 5 %

$T_e$	$T_s$	H	h	a	$\theta$	E
-------	-------	---	---	---	----------	---

TABLA 3 - 62

40	36,4	65		16	187,1	87
40	35,4	65		25	253,7	77
40	34,5	65		23	176,9	86

TABLA 3 - 63

70,1	65	39	7	9,5	206,4	48
70,2	63,7	39	7	12,5	186,4	56
70,6	62,3	39	7	16	139,5	58

TABLA 3 - 64

41,7	36,4	39	7	7	202,0	38
41,8	35,1	39	7	7	132,9	46
41,8	33	39	7	11	160,4	46

TABLA 3 - 65

40,6	35,3	65	7	19	198,7	64
40,2	34,1	65	7	19	170,9	65
40,0	33,5	65	7	19	155,8	67

CONCENTRACION 5 %

$T_e$	$T_s$	H	h	a	$\theta$	E
-------	-------	---	---	---	----------	---

TABLA 3 - 66

70,6	65,5	39	3,2	8	152,7	55
70	63,5	39	3,2	10,5	155,4	56
69,4	62,7	39	3,2	15	169,4	72

TABLA 3 - 67

41	36,4	39	3,2	8,2	155	66,6
41	34	39	3,2	11	147,2	63
40,9	32,5	39	3,2	12	148,2	57

TABLA 3 - 68

71	66	65	3,2	13	131,8	63
70,9	64,5	65	3,2	19	146,9	67
70,7	63	65	3,2	22	139,6	73

TABLA 3 - 69

40	35,4	65	3,2	14	158	69
40,1	34,2	65	3,2	19	158,5	73
40,1	33,1	65	3,2	18,5	137,8	70

CONCENTRACION 15

$T_e$	$T_s$	H	h	a	$\theta$	S
-------	-------	---	---	---	----------	---

TABLA 3 - 70

53,2	48,7	41		8	157,1	70
53,0	46,5	41		11,5	129,3	85

TABLA 3 - 71

41	36,9	40		9	171	83
40,9	35,5	40		10	135	75
40,5	34,1	40		13	145	91

TABLA 3 - 72

41	36,1	39		6,5	149,7	62
41	34,7	39		12	165,6	76
41	32,9	39		12	161,1	61

TABLA 3 - 73

71,9	65,7	72		15,5	134,5	69
71,9	64,6	72		21	136,0	79
71,8	62,2	72		22	97,8	88

CONCENTRACION 15 3

$T_e$	$T_s$	H	h	a	$\theta$	E
-------	-------	---	---	---	----------	---

TABLA 3 - 74

54,3	54,0	72		11,5	155,0	74
54,0	49,0	72		17	155,1	86
53,7	47,5	72		13	101,1	81

TABLA 3 - 75

42	37,2	72		15	130,4	96
42	37,2	72		15	135,5	93
42	36,6	72		18	133,2	95

TABLA 3 - 76

38,8	35,1	72		10,5	138	83
38,8	35,0	72		18,5	158,3	95
38,1	31,8	71		27,5	187,7	83

T A B L A 3 - 77

CONCENTRACION 25			
T <sub>e</sub>	T <sub>s</sub>	F <sub>e</sub>	E
62,3	54,0	55,0	93
61,3	53,6	54,6	93
60,6	52,6	56,1	80
60,5	50,4	56,5	81
59,3	51,6	54,1	94

T A B L A 3 - 78

CONCENTRACION 25			
T <sub>e</sub>	T <sub>s</sub>	F <sub>e</sub>	E
66,6	62,7	68,5	61
62,5	54,7	73,4	89
65,9	61,8	70,0	76
51,8	47,2	72	76
51,7	45,3	78	97
43,9	39,4	74	84
52	48,2	189	79

T A B L A 3 - 79

CONCENTRACION 30			
T <sub>e</sub>	T <sub>s</sub>	F <sub>e</sub>	F
67,0	61,7	100	77
65,5	61,2	100	84
65,5	59,2	100	92
65,0	58,0	100	82
65,0	56,2	100	78
56,0	47,7	100	93
55,7	47,0	100	94
54,5	46,5	100	89
54,2	46,5	100	88
55,0	47,5	100	81
53,0	47,5	100	86

T A B L A 3 - 80

CONCENTRACION 35			
T <sub>e</sub>	T <sub>s</sub>	F <sub>e</sub>	F
62,0	57,0	100	91
61,5	53,7	100	98
60,0	52,0	100	95
45,1	38,7	100	99
45,0	38,5	100	88

T A B L A    3 - 81

CONCENTRACION 45 %			
T <sub>e</sub>	T <sub>s</sub>	F <sub>e</sub>	P
63,0	58,0	190	00
62,0	57,5	190	08
62,0	57,0	190	93



T A B L A 3 - 82

$T_e$	$T_1$	$T_2$	$T_3$	$T_4$	$T_s$	$F_e$	$t_e$	$t_s$	$F_c$	P	E
74	61	54	48	45	38	86	11	37	84	48	71
73	63	55	52	47	42	84	11	38	82	62	84
73	62	57	53	49	47	82	11	40	82	80	112
71	63	58	55	49	47	82	11	42	82	80	129
69	63	59	54	49	46	82	11	32	82	80	93

T A B L A 3 - 83

$T_e$	$T_1$	$T_2$	$T_3$	$T_4$	$T_s$	$F_e$	$t_e$	$t_s$	$F_c$	P	E
71	60	55	51	46	40	57	10	45	36	56	72
71	60	54	51	47	43	57	10	46	34	63	77
70	61	55	51	47	43	57	10	44	35	63	76
69	61	56	51	48	45	56	10	45	38	63	96
69	61	56	52	48	44	57	10	47	38	68	100

T A B L A 3 - 84

T <sub>e</sub>	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>	T <sub>4</sub>	T <sub>s</sub>	F <sub>e</sub>	t <sub>e</sub>	t <sub>s</sub>	F <sub>c</sub>	P	F
71	61	55	51	46	41	52	11	35	63	59	99
71	60	55	51	47	42	54	11	36	72	59	118
71	61	54	51	47	43	54	11	33	71	59	106
70	61	55	50	46	42	53	11	29	71	59	89
69	61	55	51	47	38	53	11	30	75	54	89

T A B L A 3 - 85

T <sub>e</sub>	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>	T <sub>4</sub>	T <sub>s</sub>	F <sub>e</sub>	t <sub>e</sub>	t <sub>s</sub>	F <sub>c</sub>	P	F
71	61	56	52	47	42	31	11	41	26	63	87
71	61	56	52	47	39	30	11	35	39	58	99
70	61	56	52	47	42	30	11	37	37	63	116
69	61	56	52	47	37	30	11	35	47	48	119
68	61	55	51	46	37	30	11	30	46	48	97

T A B L A 3 - 86

T <sub>e</sub>	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>	T <sub>4</sub>	T <sub>s</sub>	F <sub>e</sub>	t <sub>e</sub>	t <sub>s</sub>	F <sub>c</sub>	P	F
72	62	55	51	47	44	38	11	28	65	68	87
72	62	54	51	48	43	38	11	27	70	68	103
72	61	55	51	46	44	38	11	26	70	68	100
71	61	55	50	47	43	38	11	25	70	68	93
70	60	55	51	47	43	38	11	25	73	68	101

T A B L A 3 - 87

T <sub>e</sub>	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>	T <sub>4</sub>	T <sub>s</sub>	F <sub>e</sub>	t <sub>e</sub>	t <sub>s</sub>	F <sub>c</sub>	P	F
69	60	56	50	46	39	36	10	38	36	74	93
68	60	55	50	46	35	36	10	37	37	73	85
67	61	55	50	45	41	35	10	35	41	74	111
67	60	54	50	46	40	35	10	35	41	73	107
66	60	55	50	45	39	35	10	33	41	74	100

T A B L A 3 - 88

T <sub>e</sub>	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>	T <sub>4</sub>	T <sub>s</sub>	F <sub>e</sub>	t <sub>e</sub>	t <sub>s</sub>	F <sub>c</sub>	P	F
72	63	58	55	51	50	39	11	25	38	87	62
72	63	58	55	50	48	39	11	32	40	87	90
71	62	57	54	50	47	39	11	34	40	82	98
70	62	56	53	50	45	39	11	38	39	82	108
70	61	56	51	49	46	39	11	33	42	80	99

T A B L A 4 - 1

ClH - H <sub>2</sub> O		
X °	Y °	P. mm. Hg.
7,30	0,20	697
10,00	0,60	697
12,00	1,20	700
13,95	2,30	700
15,50	4,00	700
16,20	4,95	700
17,10	6,95	699
22,00	30,40	702
23,65	37,10	703

T A B L A 4 - 2

ClH - H <sub>2</sub> O		
X °	Y °	P. mm. Hg.
7,35	0,30	121
10,00	0,40	112
11,80	0,50	103
13,45	2,70	92
16,20	4,00	104
17,90	5,65	103
19,10	10,75	99
22,40	25,10	98
25,20	40,05	106

T A B L A 4 - 3

ClH - SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> (9 %) - H <sub>2</sub> O		
X %	Y %	P. mm. Hg.
8,00	0,50	705
11,60	1,75	705
12,50	2,75	705
14,20	8,00	705
15,00	12,45	705
17,65	22,90	705
18,00	26,50	705
18,30	29,10	705
18,80	32,20	705
19,75	38,75	705

T A B L A 4 - 4

ClH - SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> (9 %) - H <sub>2</sub> O		
X	Y %	P. mm. Hg.
10,00	1,30	109
13,45	3,80	111
13,70	4,15	119
16,00	8,30	102
16,85	11,80	101
17,20	11,50	115
18,20	16,82	100
21,10	29,65	98
21,40	31,70	102
22,55	35,55	98

T A B L A 4 - 5

ClH - SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> (17 %) - H <sub>2</sub> O		
X %	Y %	P. mm. Hg.
3,51	0,02	705
6,60	0,40	705
10,30	4,50	708
11,80	7,35	708
13,50	11,40	708
14,50	21,30	708
15,85	26,60	708
16,30	30,15	708
17,40	39,35	708
18,40	41,20	706

T A B L A 4 - 6

ClH - SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> (17 %) - H <sub>2</sub> O		
X %	Y %	P. mm. Hg.
8,00	1,00	101
11,50	2,70	99
13,30	4,30	107
14,00	6,30	109
14,70	10,00	102
15,50	14,00	103
15,90	16,90	111
17,90	27,50	108
19,05	33,20	106

T A B L A 4 - 7

$\text{NO}_3\text{H} - \text{H}_2\text{O}$		
X	Y	P. mm. Hg.
16,6	0,35	705
21,0	0,45	707
26,9	1,15	703
30,7	2,21	705
31,1	2,65	708
34,5	4,55	708
36,6	5,20	708

T A B L A 4 - 8

$\text{NO}_3\text{H} - \text{SO}_4\text{H}_2 (5 \%) - \text{H}_2\text{O}$		
X %	Y %	P. mm. Hg.
18,2	1,20	710
23,8	1,22	709
24,6	2,40	710
28,2	3,40	712
30,8	4,30	706
33,2	5,60	707
36,7	6,40	707

T A B L A 4 - 9

NO H - SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> (25 %) - H <sub>2</sub> O		
X %	Y %	P. mm. Hg.
8,8	1,40	104
16,2	3,20	100
22,4	5,40	102
34,2	13,80	103
36,6	17,60	103
37,8	21,90	100
38,1	22,1	99



T A B L A 7 - 1

H	F <sub>e</sub>
20	15,5
24	17,4
29	20,6
34	22,8
38	25,0
43	27,6
50	31,0
59	36,4
64	38,8
74	43,9
80	47,2
91	53,7
99	57,1

T A B L A 7 - 2

H	F <sub>e</sub>
10,2	86
12,6	95
13,3	97
14,1	101
17,0	113
18,3	116
20,6	125
21,6	131
23,8	138
24,8	143
29,1	154
35,2	180
40,0	198
51,2	240
60,2	273
70,0	310

T A B L A 7 - 3

5 %		15 %	
H	F <sub>e</sub>	H	F <sub>e</sub>
30	50,5	40	66
35	60,0	41	67
40	66,5	41	68
41	68,5	52	81
45	75,0	52,5	81
50	82,5	63	94
56	93,5	68	100
60	98,5	68	102
65	105,0	72	106
65	107,5	72	106

T A B L A 6 - 4

H	F <sub>e</sub>
2	37
3	82
4	146
5	200
6	300
7	403
8	502
9	600
10	698

T A B L A 6 - 5

	CONCENTRACION		
D, mm.	25 - 30 %	34 - 38 %	42 - 44 %
6	63	-	-
7	81	91	98
8	-	108	122
9	125	136	145
10	163	176	195

## NOTACION

- C. Concentración de la pulpa, % en peso.
- D. Diámetro de boquilla, mm.
- E. Eficacia, adimensional.
- EDTA. Sal sódica del ácido etilen di amin tetracético
- F. Producto condensado, gr/seg.
- F<sub>A</sub>. Caudal de aire, cm<sup>3</sup>/min.
- F<sub>C</sub>. Caudal de alimentación fría (pulpa o agua), gr/seg.
- F<sub>e</sub>. Caudal de alimentación caliente, (pulpa o agua), gr/seg.
- F<sub>S</sub>. Caudal de vapor producido, gr/seg.
- G. Caudal en tubos barométricos y en tubos de unión entre cámaras, m<sup>3</sup>/h.
- H. Altura del flotador en rotámetros para líquidos.
- H. Calor latente del vapor de agua, cal/gr.
- H<sub>T</sub>. Calor latente del vapor de agua, a la temperatura indicada, cal/gr.
- H<sub>T</sub>. Calor latente medio del vapor de agua, cal/gr.
- N. Normalidad.
- Net, T. Negro de eriocromo T.
- P. Presión absoluta, mm Hg.
- P<sub>C</sub>. Presión en columna de líquido (agua o pulpa), mm.
- Re. Número de Reynold, adimensional.
- T<sub>e</sub>. Temperatura de entrada de alimentación caliente, °C.
- T<sub>S</sub>. Temperatura de salida de alimentación caliente, °C.
- X. Pérdida de presión en función de la longitud del tubo barométrico, m.
- a. Altura de producto arrastrado, cm.

- c. Calor específico medio, cal/gr. °C.
- c<sub>e</sub>. Calor específico de la alimentación caliente, cal/gr °C.
- c<sub>r</sub>. Calor específico de la alimentación caliente enfriada, cal/gr °C.
- c<sub>s</sub>. Calor específico de la alimentación fría, cal/gr. °C.
- d. Altura, en el tubo de medida, del agua vaporizada, cm.
- f. Coeficiente de fricción, adimensional.
- g. Aceleración debida a la gravedad, 9.8 m/seg<sup>2</sup>.
- h. Altura del flotador en el rotámetro para aire.
- s. Sección del tubo de medida de agua vaporizada, cm<sup>2</sup>.
- t<sub>e</sub>. Temperatura de entrada de la alimentación fría (agua o pulpa), °C.
- t<sub>s</sub>. Temperatura de salida de la alimentación fría (agua o pulpa), °C.
- u. Velocidad del fluido en tubos barométricos y en tubos de unión entre cámaras, m/seg.
- x. Composición de la fase líquida referida al componente más volátil, % en peso.
- y. Composición de la fase vapor referida al componente más volátil, % peso.
- θ. Tiempo, seg.

## B I B L I O G R A F I A

### GENERAL

- HOUGEN O.A, WATSON K. M. y RAGATZ R.A. "Chemical Process Principles". John Wiley. New York (1.959).
- JEAN TIMMERMAN. "The Physico - Chemical Constants. of Binary Systems in Concentrated solutions".
- OWEN L. DAVIES. "Statistical Methods in Research and Production". Imperial Chemical Industries Ltd. (1.947)
- OWEN L. DAVIES "Design and Analysis of Industrial Experiments". Imperial Chemical Industries Ltd. (1.956)
- PERRY J. H. "Chemical Engineers' Handbook. Mc Graw-Hill. (1.950).
- VIAN A. y OCON J. "Elementos de Ingeniería Química" Aguilar. Madrid (1.967).
- Volk W. "Applied Statistics for Engineers" Mc Graw-Hill. New York (1.958).

### VAPORIZACION SUBITA

- ANON. "Flash Evaporator for Continuous Distillation of Sea Water" Engineer Lond. 204, 572. (1.957).
- BARNESON R.A, BRANNOCK N.F, MOORE J.G. y MORRIS C. "Process Design Problems. Multiple Flash Distillation" Chem. Eng. 27. 137 (1.970).
- BURLEY M.J. "Analytical Comparison of the multi-stage Flash and Long - Tube Vertical Distillation Processes. Desalination 2.81 (1.967).

- CLELLAND D.W. y STEWART J.M. "The Optimisation and Desing of Large Scale multi- Stage Flash Distillation Plants". Desalination, 1, 100 (1.966).
- FRANKEL A. "Flash Evaporator for the Distillation of Sea-Water" Proceeding of the Institution of Mechanical Engineers. 174. 7 (1.967).
- HANSON C. Y INGHAM J. "Direct Contact Liquid-Liquid Heat Exchange". Brit. Chem. Eng. 10, 6 (1.965)
- JOHNSON K.D. y CLELLAND. D.W. "Mobile and Floating Flash Distillation Plants". Second European Symposiun on Fresh Water from the Sea. Athens. May. (1.967).
- LEDESMA V.L. y otros. Chem. Eng. Progr. 59, 69 (1.963)
- MANCATELLI R.W. y WOODWAR J.R. "Use of Autoclaves and Flash Heat Exchangers at Beaverlodge" Trans. Aime. J. of Metals. vol. 7. 6. (1.955).
- OSDOR A. "A New Process to Demineraliza Soline Water" Tel Aviv. (1.964).
- OTERO J.L. "El problema hidrometalúrgico en la Recuperación de Calor de Pulpas de Ataque en Caliente". Revista Metalúrgía 4, 477 (1.968).
- OTHMER D.F., BENFEMATIR. F. y GOULANDRIS G.C. Chem. Eng. Prog. 59. 63 (1.963).
- SILVER R.S. "Principles of Desalination" Ed. K. Spliegler. Academia Press. New-York (1.968).
- SILVER. R.S. Proceeding First International Symposium on Water Desalination. Washington Oct. 3, 9. (1.965).
- SILVER R.S. y otros. "Fresh Water from the Sea" Proc. Instu. Mech. Engrs. 174. 7. London (1.960)
- WALKER P.T, NELSON I, y JOHNSON K.D." Develoment of Direct Contact Flash Distillation Concepts". Second European Symposium on Fresh Water from the Sea. Athens. (1.967).

- WOODWARD T. "Principles of Desalination" Ed. K. Spliegler. Academic Press, London (1.966).

#### EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR

- ELLIS S.R. y THWAITES. J.M. J. Appl. Chem. London 7, 152 (1.957).
- HALA E, PICK J. FRIED V. y VILIM. O. "Vapour Liquid Equilibrium". Department of Physical Chemistry Institute of Chemical Technologg. Prague (1.958).
- International Critical Tables. 3. Mc. Graw-Hill. New York (1.928).
- OTTMER. Ind. Eng. Chem. 20. 743. (1.928).
- REID R.C. y REVNOLDS A.B. Ind. Eng. Chem. 8, 1307 (1.957)
- Sorgato I. Chem e Industr. 32, 423. (1.950).
- TRIMBLE y POTTS. Ind. Eng. Chem. 27, 66 (1.935).
- WILLIAMS A. Ind. Eng. Chem. 39. 779. (1.947)

#### A N A L I S I S

- BERMEJO, F y PRIETO, A. "Aplicaciones Analíticas del AFDT y similares. Imp. Seminario Conciliar. Santiago de Compostela (1.960).
- BURRIEL. F, LUCENA F, ARIBAS S. "Química Analítica Cuantitativa Ed. Paraninfo (1.952).
- BUSCARONS F. "Análisis Químico cualitatio" Edt. Grijalbo (1.964).
- CHARLOT G. "Les Methodes de la Chimie Analytique" Masson et Cie. Editeur. (1.966)
- TREADWELL y HALL W.T. "Análisis Cuantitativo". Ed. Marin (1.949).